

visitez notre site web: [www.radiello.com](http://www.radiello.com)



# radiello®

Centro di Ricerche Ambientali - Padova



FRANÇAIS 02-2004



## Table des matières

	Pag.
table des matières	ii
comment ça marche l'échantillonneur diffusif	A1
pourquoi est-il si special <b>radiello</b> ?	A3
les composants de <b>radiello</b>	A5
la cartouche adsorbante	A5
le corps diffusif	A5
la plaque de support	A5
l'étiquette	A5
comment employer <b>radiello</b>	A6
se disposer à l'échantillonnage	A6
emploi dans le terrain	A6
entretien de <b>radiello</b>	A7
<b>radiello</b> -prêt-à-l'usage	A8
les accessoires de <b>radiello</b>	B1
adaptateur vertical	B1
abri contre les intempéries	B1
thermomètre de campagne	B3
solution d'étallonnage H <sub>2</sub> S	B4
kit de filtration	B4
solution d'étallonnage aldéhydes	B4
set d'étallonnage BTEX (désorption par CS <sub>2</sub> )	B5
set d'étallonnage COV piégés dans les lieux de travail	B5
set d'étallonnage BTEX (désorption thermique)	B6
les pièces de rechange de <b>radiello</b>	B6
cartouche vide	B6
étiquette autoadhésives code barres	B6
clip	B6
tube	B6
bande à accrocher	B6
aldéhydes	C1
composés organiques volatiles (COV) désorbés par CS <sub>2</sub>	D1
composés organiques volatiles (COV) désorbés thermiquement	E1
dioxydes d'azote et de soufre (NO <sub>2</sub> e SO <sub>2</sub> )	F1
ozone (O <sub>3</sub> )	G1
sulfur d'hydrogène (H <sub>2</sub> S)	H1
ammoniac (NH <sub>3</sub> )	I1
acide chlorhydrique (HCl)	J1
acide fluorhydrique (HF)	K1
gazes et vapeurs anesthésiques	L1
phénols	M1
table des codes	Z1



## Index alphabétique

- abri contre les intempéries, **B1**, **B2**  
acétaldéhyde, **B4**, **C1**  
acétone, **D2**, **D6**  
acétonitrile, **D2**  
acide chlorhydrique, **A8**, **J1**  
acide fluorhydrique, **A8**, **K1**  
acrylonitrile, **D2**  
acroléine, **B4**, **C1**, **C3**  
adaptateur à encastrer, **A8**  
adaptateur vertical, **B1**  
alcool benzylique, **D2**  
aldéhydes, **B4**, **C1**  
aldéhydes, analyses, **C3**  
aldéhydes, durée et conservation, **C2**  
aldéhydes, exposition, **C2**  
aldéhydes, interférents, **C4**  
aldéhydes, débits de piégeage, **C1**  
ammoniac, **A8**, **I1**  
amyle acétate, **D2**  
bande à accrocher, **B2**, **B6**  
benzaldéhyde, **B4**, **C1**  
benzène, **A3**, **B5**, **B6**, **D2**, **D4**, **D5**, **E3**, **E4**, **E5**  
bleu de méthylène, **H1**  
breakthrough, **A3**  
bromochlorométhane, **D2**  
BTEX, désorption par CS<sub>2</sub>, **D5**  
BTEX, désorption thermique, **E4**  
bouchon pour les cartouches, **B6**  
bouchon en polycarbonate pour radiello-prêt-à-l'usage, **A8**  
butanal, **B4**, **C1**  
butanol, **D2**  
sec-butanol, **D2**  
ter-butanol, **D2**  
buthyl acétate, **D2**, **D6**, **E3**  
2-butoxyéthanol, **D2**, **D6**, **E3**  
2-butoxyéthyl acétate, **D2**  
calibration, solution pour H<sub>2</sub>S, **B4**  
calibration, kit pour BTEX par CS<sub>2</sub>, **B5**  
calibration, kit pour COV lieux de travail, **B5**  
calibration, kit pour BTEX désorption thermique, **B6**  
cartouche vide, **B6**  
charbon actif, **A2**, **A3**, **B5**, **D1**, **D6**, **E1**, **L1**  
charbon actif, durée et conservation, **D4**, **L2**  
charbon graphité, **A2**, **E1**  
charbon graphité, durée et conservation, **E3**  
charbon graphité, récupération, **E6**  
chlorobenzène, **D2**  
chloroform, **D2**  
chlorure ferrique, **H1**  
clip, **A5**, **B6**  
code barres (v. étiquette code barres)  
composants de radiello, **A5**  
composés organiques volatiles, désorption thermique, **E1**  
composés organiques volatiles, désorption thermique, analyses, **E4**  
composés organiques volatiles, désorption thermique, débits d'échantillonnage, **E1**, **E3**  
composés organiques volatiles, récupération par CS<sub>2</sub>, **D1**  
composés organiques volatiles, récupération par CS<sub>2</sub>, analyses, **D4**  
composés organiques volatiles, récupération par CS<sub>2</sub>, débits d'échantillonnage, **D1**, **D2**  
composés organiques volatiles, récupération par CS<sub>2</sub>, temps de élution GC, **D6**  
corps diffusif blanc, **A5**, **A8**, **D1**, **E2**, **H1**, **I1**, **K1**, **J1**, **M1**  
corps diffusif bleu, **A5**, **A8**, **C1**, **F1**, **G1**, **H1**, **I1**, **K1**, **J1**  
corps diffusif en section, **A1**  
corps perméatif, **A5**, **L1**  
COV (v. composés organiques volatiles)  
m-crésol, **M1**  
o-crésol, **M1**  
p-crésol, **M1**  
crible moléculaire, **L1**  
crible moléculaire, durée et conservation, **L2**  
cyanoferrate, **I1**  
cyclohexane, **D2**, **D6**, **E3**  
cyclohexanone, **D2**, **D6**  
cyclohexanol, **D2**, **D6**  
n-décane, **D2**, **D6**, **E3**  
désorption thermique, **E1**  
désorption thermique, calibration, **E5**, **M4**  
désorption thermique, récupération des cartouches, **E6**  
désorption par CS<sub>2</sub>, **D1**  
diacéton alcool, **D2**, **D6**  
1,4-dichlorobenzène, **D2**, **E3**, **E5**, **E6**  
1,2-dichloroéthane, **D2**  
dichlorométhane, **D2**, **D6**  
1,2-dichloropropane, **D2**, **D6**  
diffusion axiale, **A1**, **A2**  
diffusion radiale **A1**, **A2**  
diméthyl disulfure, **E3**  
N,N-diméthylformamide, **D2**  
N,N-diméthyl-p-phénylendiammonium, **H1**  
2,3-diméthylphénol, **M1**  
2,5-diméthylphénol, **M1**  
2,6-diméthylphénol, **M1**  
3,5-diméthylphénol, **M1**  
3,5-diméthylphénol **M1**  
2,4-dinitrophénylhydrazine, **C1**, **C3**  
1,4-dioxane, **D2**  
dioxide d'azote, **A8**, **F1**  
dioxide de soufre, **A8**, **F1**  
1,2-di(4-piridyl)éthylène, **G1**  
n-dodécane, **D2**  
échantillonnage, emploi dans le terrain, **A6**  
échantillonnage, débit de-, définition, **A1**  
échantillonnage, se disposer à, **A6**  
échantillonnage, fin, **A7**  
entretien de radiello, **A7**  
éthanol, **D2**  
étiquette code barres, **A5**, **A6**, **B6**  
étiquette code barres, mode d'emploi, **A6**  
2-éthoxyéthanol, **D2**, **D6**  
2-éthoxyéthyl acétate, **D2**



1-éthoxy-2-propanol, **D6**  
éthyl éther, **D2**  
éthyl acétate, **D2**, **D6**  
éthylbenzène, **B5**, **B6**, **D2**, **D5**, **E3**, **E4**  
éthyl-*ter*-butyl éther (ETBE), **D2**  
2-éthyl-1-hexanol, **D2**  
étrane, **L1**  
filtration, kit de -, **B4**, **C1**, **G1**  
florisil, **C1**  
forane, **L1**  
formaldéhyde, **B4**, **C1**  
Freundlich, isotherme de -, **E1**  
gazes et vapeurs anesthésiques, **L1**  
gel de silice, **G1**, **J1**  
glutaraldéhyde, **C1**  
halothane, **A8**  
n-heptane, **D2**, **D6**, **E3**  
hexanal, **B4**, **C1**  
n-hexane, **D2**, **D6**, **E3**  
1-hexanol, **D2**  
indophénol, **I1**  
intempéries, abri contre les -, **B1**, **B2**  
isobutanol, **D2**, **D6**  
isobuthyl acétate, **D2**, **D6**  
isooctane, **D2**, **D6**  
isopentanal, **B4**, **C1**, **C3**  
isopropanol, **D2**, **D6**  
isopropyl acétate, **D2**, **D6**, **E3**  
isopropylbenzène, **D2**  
isotherme d'adsorption, **E1**  
lecteur pour thermomètre de campagne, **B3**  
limonène, **D2**, **E3**  
MBTH, **G1**  
MBTH-azide, **G1**  
méthanol, **D2**, **D6**  
méthyl acétate, **D2**, **D6**  
3-méthylbenzothiazolinone hydrazone (v. MBTH)  
méthyl-*ter*-butyl éther (MTBE), **D2**, **E3**  
méthylcyclohexane, **D2**, **D6**  
méthylcyclopentane, **D2**  
méthyléthylcétone, **D2**  
méthylisobutylcétone, **D2**, **D6**  
méthyl méthacrilate, **D2**  
2-méthylpentane, **D2**, **D6**  
3-méthylpentane, **D2**, **D6**  
2-méthoxyéthanol, **D2**, **E3**  
2-méthoxyéthyl acétate, **D2**, **E3**  
1-méthoxy-2-propanol, **D2**, **D6**, **E3**  
1-méthoxy-2-propyl acétate, **D2**, **D6**  
mode d'emploi de radiello, **A6**  
naphtalène, **D2**  
NEDA, **F2**  
n-nonane, **D2**, **D6**, **E3**  
n-octane, **D2**, **D6**, **E3**  
ozone, **A8**, **C4**, **G1**  
ozonolyse, **G1**  
ozonure, **G1**  
pentacyanonitrosylferrate (v. cyanoferrate)  
pentanal, **B4**, **C1**  
phénol, **I1**, **M1**  
pentane, **D2**, **D6**  
 $\alpha$ -pinène, **D2**, **D6**, **E3**  
4-piridylaldéhyde, **G1**  
plaque de support, **A5**  
prêt-à-l'usage, radiello -, **A8**  
propanal, **B4**, **C1**  
propyl acétate, **D2**, **D6**  
propylbenzène, **D2**  
protoxide d'azote, **L1**  
rétro-diffusion, **A3**  
sevorane, **L1**  
hypochlorite de sodium, **I1**  
stérilisation, **L2**  
styrène, **D2**, **D6**, **E3**  
sulfanylamyde, **F2**  
sulfure d'hydrogène, **A8**, **H1**  
surface adsorbante, **A1**  
surface diffusive, **A1**, **A2**, **A3**  
Tenax TA, **M1**  
tétrachloroéthylène, **D2**, **D6**, **E3**  
tétrachlorure de carbone, **D2**  
tétrahydrofurane, **D3**  
thermomètre de campagne, **B3**  
thermomètre de campagne, lecteur, **B3**  
thermomètre de campagne, software, **B3**  
toluène, **B5**, **B6**, **D2**, **D5**, **E3**, **E4**  
1,1,1-trichloroéthane, **D3**, **D6**, **E3**  
trichloroéthylène, **D3**, **D6**  
triéthanolamine, **F1**  
1,2,4-triméthylbenzène, **D2**, **D6**, **E3**  
tube en polypropylène, **B6**  
tube en verre, **B6**  
n-undécane, **D2**, **D6**, **E3**  
m-xylène, **B5**, **B6**, **D2**, **D5**, **E3**, **E4**  
o-xylène, **B5**, **B6**, **D2**, **D5**, **E3**, **E4**  
p-xylène, **B5**, **B6**, **D2**, **D5**, **E3**, **E4**  
xylénol (v. diméthylphénol)



## comment ça marche l'échantillonneur diffusif?

L'échantillonneur diffusif est une boîte fermée, d'habitude cylindrique, dont une des deux surfaces planes est "transparente" aux molécules gazeuses alors que l'autre les adsorbe. On appelle *diffusive* la première surface et *adsorbante* la deuxième (respectivement **S** et **A** en figure).

Sous le gradient de concentration  $dC/dl$ , les molécules gazeuses traversent **S** en diffusant vers **A**, le long du parcours diffusif qui est parallèle à l'axe de la boîte. Celles adsorbables viennent d'être piégées par **A** suivant la loi de la diffusion

$$\frac{dm}{dt} = D S \frac{dC}{dl} \quad [1]$$

où  $dm$  est la masse piégée pendant le temps  $dt$  et  $D$  est le coefficient de diffusion.

Si  $C$  est la concentration à la surface diffusante et  $C_o$  est celle à la surface adsorbante, l'intégrale de [1] est

$$\frac{m}{t} = D \frac{S}{l} (C - C_o) \quad [2]$$

qui va devenir

$$\frac{m}{tC} = D \frac{S}{l} = Q \quad \text{ou} \quad C = \frac{m}{tQ} \quad [3]$$

si la concentration à la surface adsorbante est égale ou très proche à 0.

$Q$  est le débit de piégeage, dont les dimensions sont justement celles d'un flux (en exprimant  $m$  en  $\mu\text{g}$ ,  $t$  en minutes et  $C$  en  $\mu\text{g.l}^{-1}$ , les dimensions de  $Q$  sont  $\text{l.min}^{-1}$ ).

Donc, si  $Q$  est constant et connu, on peut connaître la concentration environnementale bien simplement par la mesure de la masse piégée et du temps d'exposition.

Afin d'améliorer la sensibilité analytique il faudrait augmenter  $m$ : cela peut se faire en augmentant  $Q$ .  $D$  étant une constante, on ne peut atteindre la cible qu'en agissant auprès du rapport  $S/l$ , qui est la constante géométrique de l'échantillonneur. Néanmoins, si on élargit  $S$ , dans l'usuel échantillonneur axial on ne peut pas éviter d'élargir  $A$  aussi, car il faut que les deux surfaces diffusante et adsorbante se fassent face à distance constante. N'ayant qu'une seule façon de récupérer l'analyte piégé par l'échantillonneur axial - le déplacement par solvant - tout élargissement de  $A$  entraîne une augmentation proportionnelle du volume du solvant désorbant, de sorte que la dilution annule tout effet de l'augmentation de  $Q$ .

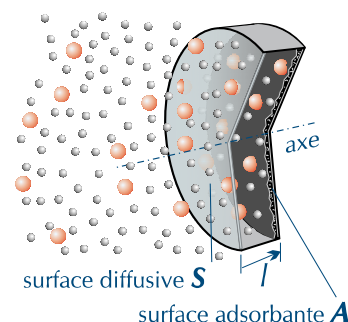
On pourrait réduire  $l$  mais, au-dessous d'une valeur critique (à peu près 0,8 mm), la loi de la diffusion n'est plus respectée si la vitesse de l'air est faible, la vitesse de piégeage devenant plus importante que celle de ravitaillement de nouvelles molécules à la surface diffusante.

N'y a-t-il pas, donc, de manière d'augmenter  $Q$ ?

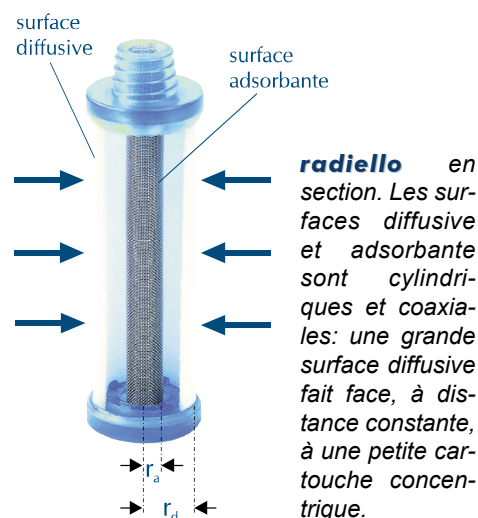
Bien sûr qu'il y a. Ça suffit de changer la géométrie de l'échantillonneur: d'axiale en *radiale*.

C'est comme ça que *radiello* vient de paraître. C'est sa paroi cylindrique qui marche à barrage diffusif: les molécules se meuvent le long du rayon vers un adsorbant cylindrique lui-même et coaxial à la surface diffusante.

En même diamètre du cylindre,  $S$  devient beaucoup plus grande que celle de l'échantillonneur axial, sans aucune augmentation de la masse d'adsorbant: bien que la surface adsorbante soit beaucoup plus petite que celle diffusante, la distance entre les deux est toujours constante.



Les surfaces diffusante et adsorbante de l'échantillonneur diffusif axial sont deux faces planes et opposées d'une boîte fermée, d'habitude cylindrique. Sous un gradient de concentration, les molécules absorbables (couleur) pénètrent la surface diffusante et viennent d'être piégées par celle adsorbante.



**radiello** en section. Les surfaces diffusante et adsorbante sont cylindriques et coaxiales: une grande surface diffusante fait face, à distance constante, à une petite cartouche concentrique.



Étant donné que  $S=2\pi rh$  ( $h$  est la hauteur du cylindre) et que le parcours diffusif est le rayon, on doit écrire [1] dans la forme

$$\frac{dm}{dt} = D 2\pi h r \frac{dC}{dr} \quad [4]$$

L'intégrale de [4] du rayon de la surface diffusante  $r_d$  à celui de la surface adsorbante  $r_a$  devient

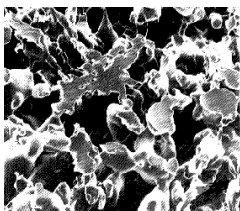
$$\frac{m}{t C} = D \frac{2\pi h}{\ln \frac{r_d}{r_a}} = Q \quad [5]$$

Le terme

$$\frac{2\pi h}{\ln \frac{r_d}{r_a}}$$

est la constante géométrique de **radiello**. Donc, le débit est fonction directe de la longueur du cylindre diffusif et inverse du logarithme du rapport entre le rayon du cylindre diffusif et celui du cylindre adsorbant.

La paroi diffusive de **radiello** est en polyéthylène microporeux synthésisé (à côté, sa photo au microscope électronique scan-sion); en la traversant, les molécules suivent un parcours tortueux, dont la longueur est beaucoup plus grande que celle de l'épaisseur.



Alors qu'on peut mesurer par le mètre la valeur de  $r_a$ , celle de  $r_d$  ne peut qu'être estimée par des mesures d'exposition. En effet, afin de n'agrandir pas trop radiello et de respecter en plein la loi de la diffusion, le barrage diffusif a été projeté sous forme d'un tube dont la paroi est épaisse et micro-poreuse: la longueur réelle du parcours diffusif n'est pas la différence entre les rayons extérieurs des tubes diffusif et adsorbant mais est beaucoup plus longue à cause de la tortuosité du parcours entre les pores. Un cylindre diffusif de 8 mm de rayon extérieur, 1,7 mm d'épaisseur et 25  $\mu\text{m}$  de porosité, couplé avec une cartouche adsorbante de 2,9 mm de rayon, ne forme pas un parcours diffusant de  $8-2,9=5,1$  mm mais bien de 18 mm.

En tant que fonction du coefficient de diffusion  $D$ , qui est une grandeur thermodynamique propre à chaque composé, dépendant de la température ( $T$ ) et de la pression ( $p$ ), même le débit de piégeage dépend de ces paramètres, suivant une loi de cette sorte

$$Q = f(T, p)$$

Les valeurs de  $Q$  des chapitres suivants ont été mesurées à 25 °C (298 K) et 1013 hPa; donc, on devra les corriger par rapport aux conditions réelles de piégeage.

La correction due de la pression atmosphérique est, d'habitude, tout à fait négligeable: n'y introduisant pas de correction, l'erreur la plus élevée qui vient d'être commise n'est jamais plus grande que  $\pm 3,0\%$ ,  $\pm 1,5\%$  d'habitude, compte tenu que la variation de la pression atmosphérique rarement est plus éloignée que  $\pm 30$  hPa de la valeur moyenne de 1013 hPa.

Plus importante est l'erreur qui vient d'être commise si on n'introduit pas de correction pour la température, la dépendance de ce paramètre étant exponentielle. En plus, dans le cas de la chimi-adsorption, des facteurs cinétiques (vitesse de réaction) peuvent s'ajouter à ceux thermodynamiques (changement de  $D$ ). Par exemple, lors du piégeage des composés organiques volatiles par le charbon actif, le changement expérimental du débit entre  $\pm 10$  °C de 25 °C est de  $\pm 5\%$  alors que, dans le même intervalle de température, le changement du débit de piégeage du  $\text{NO}_2$  par la triéthanolamine est de  $\pm 21\%$ .

**C'est très important de connaître la valeur moyenne de la température afin de donner de la confiance aux résultats analytiques. Voir en page B3 comment il faut faire pour mesurer la température dans le terrain.**

Bien qu'il y ait des sortes de cartouches qui absorbent beaucoup d'eau lors de l'exposition en air très humide, en général l'humidité n'a pas d'effets sur le piégeage par **radiello**. Quelquefois on peut constater d'effet sur l'analyse; par exemple, une cartouche charbon graphité bien mouillée peut entraîner de bouchons de glace lors de la désorption thermique suivie par la cryo-focalisation ou éteindre la flamme du FID.

**C'est donc bien important d'abriter radiello contre les intempéries. Voir en page B1.**



## pourquoi est-il si spécial *radiello*?

L'échantillonneur diffusif n'oblige pas à employer de pompes lourdes et encombrantes, n'a pas de limites dues de besoins énergétiques, ne demande pas de surveillance, ne fait pas de bruit, ne craint pas de milieux inflammables ou explosibles, tout le monde sait l'employer et partout, ça ne coûte presque rien.

En plus, il n'est pas affecté par le phénomène du *breakthrough*.

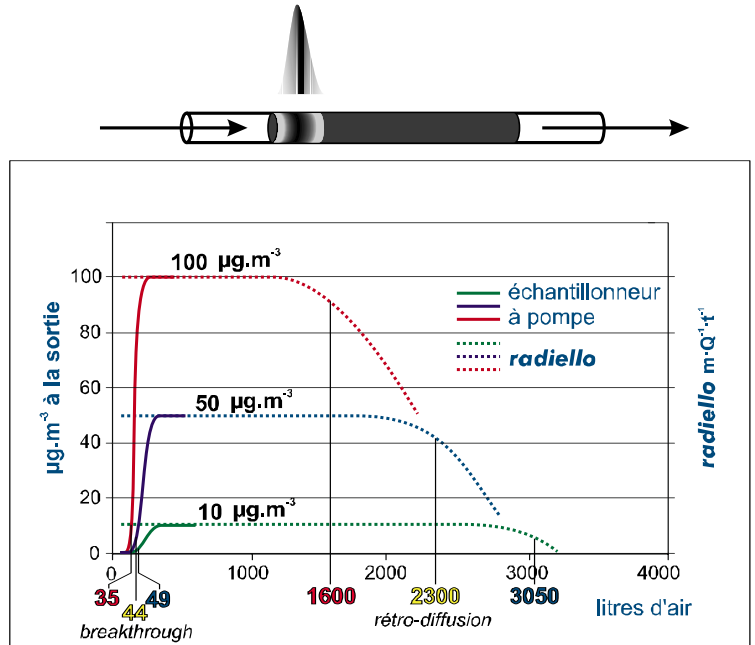
Pourquoi, donc, jusqu'à présent n'a-t-il pas été employé de manière appropriée à ses mérites?

Dans l'échantillonneur à pompe, le composé piégé se conduit comme un pic gaz-chromatographique (en haut) : le flux d'air le déplace le long du lit de l'adsorbant sous forme d'une bande, dans laquelle la concentration est distribuée suivant une gaussienne, jusqu'à le faire sortir du bout opposé. Quand la concentration en l'air sortant est arrivée au 10% de celle entrante, dit-on que le **breakthrough** a été atteint ou, bien simplement, que le tube a été saturé. Tout autre pompage entraîne une perte de composé avec une sous-évaluation de la concentration réelle. Le phénomène dépend peu de la concentration mais beaucoup du débit et du volume total d'air qui a traversé le tube et du composé adsorbé.

Le phénomène concernant le benzène est montré par le graphique: il a été mesuré à 25 °C avec des tubes de charbon actif du même volume que la cartouche code 130. Le breakthrough vient d'être atteint après 35, 44 et 40 litres pour de concentrations en air, respectivement, de 10, 50 et 100  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ .

Des choses pareilles se passent avec **radiello** aussi mais, n'y ayant aucun flux d'air, il ne s'agit pas de breakthrough mais de **rétro-diffusion**.

La valeur de  $\text{m}\cdot\text{Q}^{-1}\cdot\text{t}^{-1}$ , égale à la concentration mesurée au début de l'exposition (v. [3] en page A1), reste constante et égale à la concentration réelle jusqu'à quand la masse piégée s'approche à la valeur maximale permise de la capacité adsorbante. Le phénomène dépend de la concentration et du temps d'exposition mais la baisse du 10% ne se passe que pour des volumes équivalents de deux ordres de grandeur plus élevés que ceux-là de l'échantillonneur à pompe: 1600, 2300 et 3050 litres aux concentrations, respectivement, de 10, 50 et 100  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ .



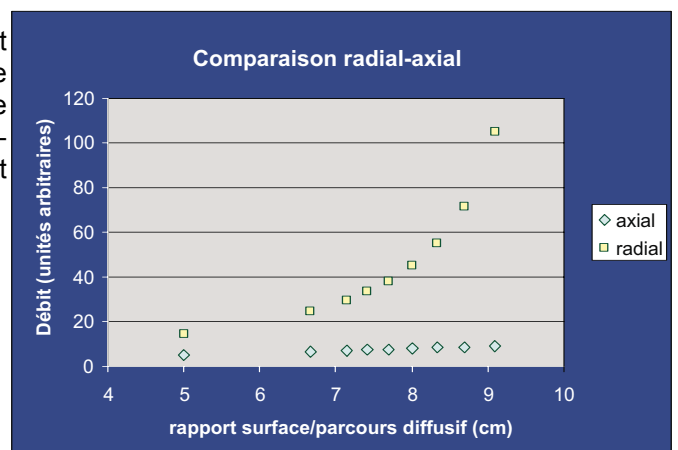
Parce que l'échantillonneur usuel à symétrie axiale n'est pas très performant: en général, il n'a pas beaucoup de sensibilité et ses résultats ne sont pas trop fiables à cause de sa géométrie. D'un côté, les valeurs du débit de piégeage sont faibles, de l'autre côté elles changent souvent avec les conditions environnementales.

Toutes ces limitations ont été franchies par **radiello**.

Grâce à la symétrie radiale, le débit de piégeage devient:

- ✓ **élevé**, parce qu'il ne change pas de manière linéaire avec le rapport surface/longueur du parcours diffusif mais exponentielle (v. [5]). Le débit de piégeage est du moins trois fois plus élevé que celui de tous les échantillonneurs axiaux de même grandeur;
- ✓ **constant**, dû de la grande capacité adsorbante de la cartouche;

Alors que le débit de l'échantillonneur axial s'accroît de manière linéaire avec l'augmentation du rapport surface/parcours diffusif, celui de l'échantillonneur radial change de manière exponentielle. Par exemple, si le débit d'un échantillonneur axial avec un rapport 8:1 vaut 8 (n'importe pas dans lesquelles unités de mesure), celui de l'échantillonneur radial avec la même valeur du rapport vaut 45.



**radiello** a été breveté par FONDAZIONE SALVATORE MAUGERI-IRCCS

Centre de Recherches Environnementales - via Svizzera, 16 - I 35127 PADOVA  
tel. 0039 0498 064 511 fax 0039 0498 064 555 e.mail fsmptd@fsm.it





- ✓ **bien reproductible**, grâce à la rigidité du tube diffusif et de la cartouche et aux petites valeurs des tolérances de fabrication de tous les composants de **radiello**;
- ✓ **non affecté par la vitesse de l'air**, grâce à la tortuosité du parcours dans l'épaisseur de la paroi micro-poreuse du cylindre diffusif;
- ✓ **connu avec beaucoup de précision** car il n'est pas calculé mais bien mesuré dans la chambre atmosphère contrôlée dans une vaste gamme de concentration, température, humidité, vitesse de l'air, présence d'interférents....



#### En plus, **radiello**

- ▶ est peu sensible aux conditions atmosphérique, son corps diffusif étant hydrofugeant
- ▶ ses valeurs de blanc sont plus petites que trois fois le bruit instrumental, grâce au complexe protocole de nettoyage du matériel adsorbant ou chimiabsorbant et aux nombreux contrôles qui sont réalisés lors de sa fabrication
- ▶ ses limites de sensibilité sont si petites et sa capacité adsorbante est si élevée qu'on peut l'exposer entre 15 minutes et 30 jours (selon le type) en mesurant de concentrations de moins que 1 ppb jusqu'à 1.000 ppm
- ▶ est précis et soigné dans un large intervalle d'expositions
- ▶ vous permet la désorption thermique et l'analyse GC-MS

- ▶ vous permet le piégeage d'une vaste gamme de polluants gazeux
- ▶ est robuste et inerte du point de vue chimique: il est fabriqué par le polycarbonate, le polyéthylène micro-poreux et l'acier inoxydable
- ▶ provient d'une des plus importantes institutions de recherche scientifique européennes dans le domaine de l'environnement qui le produit par des technologies très avancées et le soumet continuellement à des contrôles et des nouveaux développements dans son centre de Padoue

et, enfin, vous pouvez réutiliser des dizaines de fois tous ses composants sauf la cartouche adsorbante; mais elle-même est récupérable après la désorption thermique.



Toute figure du manuel est du Centre de Recherches Environnementales de Padoue de la Fondazione Salvatore Maugeri-IRCCS

## les composants de radiello

Les composants fondamentaux de **radiello** sont la cartouche adsorbante, le corps diffusif, la plaque de support et l'étiquette adhésive code barres. Tous les composants, sauf la cartouche s'il n'est pas déclaré le contraire, sont réutilisables des dizaines de fois.

### La cartouche adsorbante

Plusieurs sortes de cartouches ont été développées conformément aux polluants à piéger. La longueur est de 60 mm pour toutes alors que le diamètre change entre 3,8, 4,8 et 5,8 mm.

La cartouche est renfermée dans un tube verre ou plastique, contenu dans une enveloppe transparente en polypropylène thermo-soudée.

Un code, imprimé sur l'enveloppe avec le numéro de lot et la date d'échéance, vous permet d'en reconnaître le type.

Toute cartouche ne peut être employée qu'une fois sauf celles désorbées par voie thermique.

**Toute cartouche est livrée en paquet de 20 pièces de la même sorte.**

*Il faut l'introduire dans le corps diffusifs.*



### La plaque de support

La plaque de support, **code 121**, est en polycarbonate et marche soit à bouchon soit à soutien du corps diffusif. Elle a un filet qui sert à y visser le corps diffusif, un clip pour son accrochage et une poche adhésive transparente à y introduire l'étiquette code barres. Il faut assembler les trois parties avant de l'employer (v. en page A6).

**Elle est livrée en paquets de 20 pièces.**

**code 121**



### Le corps diffusif

Quatre sortes de corps diffusifs sont disponibles, tous avec le même encombrement: 16 mm de diamètre et 60 mm de hauteur.

Le **corps blanc, code 120**, en polyéthylène microporeux est d'emploi général; l'épaisseur de sa paroi est de 1,7 mm et la porosité de  $25 \pm 5 \mu\text{m}$ . La longueur du parcours diffusif est de 18 mm.

Le **corps bleu, code 120-1**, a les mêmes propriétés que celui blanc mais est opaque à la lumière: il est employé pour piéger les composés photosensibles.

Le **corps jaune, code 120-2**, doit être employé quand il faut réduire le débit de piégeage: l'épaisseur de sa paroi est de 5 mm et la porosité de  $10 \pm 2 \mu\text{m}$ . La longueur du parcours diffusif est de 150 mm.

Le **corps perméatif, code 120-3**, est une membrane silicone de  $50 \mu\text{m}$  d'épaisseur, soutenue par un filet acier inoxydable. Il est employé pour piéger les gazes et vapeurs anesthésiques.

**Tout corps diffusif est livrée en paquet de 20 pièces de la même sorte.**

*Il faut visser le corps diffusif à la plaque de support.*



**code 190**

### L'étiquette



L'étiquette est adhésive et contient imprimé un numéro code barres. Il n'y en ayant pas deux avec le même numéro, elles servent à l'identification univoque de la cartouche adsorbante dans le terrain et en laboratoire.

Tout emballage de cartouches en contient 21.

**Elles sont livrées en paquets de 198 pièces si sont commandées séparément.**



## comment employer **radiello** se disposer à l'échantillonnage

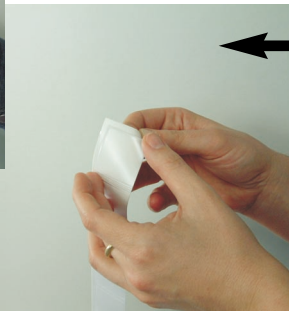
Avant d'employer **radiello**, il faut appliquer à la plaque de support le clip à accrocher et la poche transparente adhésive porte-étiquette.

## assemblage de la plaque de support

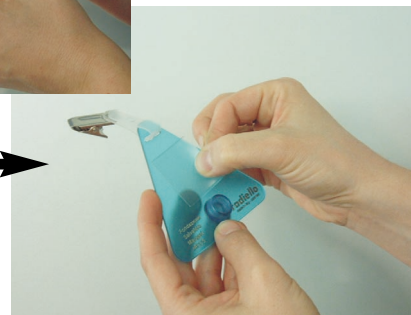
1 Introduisez la bande du clip dans la fente de la plaque, de façon que le petit pieu soit placé du côté en haute.



2 pliez la bande et introduisez à déclic le petit pieu dans son trou



3 détachez la poche de son support papier.



### suggestion

il est mieux que ces opérations soient accomplies avant de partir: on perd du temps dans le terrain.

et collez-la au milieu de la plaque.

4

Si on le préfère, on peut coller la poche du côté postérieur de la plaque mais portez tous vos soins afin que sa fente soit toujours latérale (si non, la pluie mouille l'étiquette).

## emploi dans le terrain

### demarrer l'échantillonnage

1 Ouvrez l'enveloppe et renversez la cartouche de son tube dans le corps diffusif. **Ne jetez pas l'enveloppe bien qu'elle soit cassée: gardez-y le tube et son bouchon.**

La base du corps diffusif est munie d'un siège à centrer la cartouche. Une cartouche dans son siège ne se penche pas du tout du corps diffusif. Si ce n'est pas le cas, ça signifie que la cartouche n'est pas dans son siège et est désaxée.

Une cartouche désaxée se déforme quand vous vissez le corps diffusif à la plaque, la géométrie de **radiello** vient d'être altérée et le résultat de l'échantillonnage n'est pas fiable.

**Secouez le corps diffusif afin de placer la cartouche dans son siège.**



2 Le corps diffusif tenu en vertical, vissez-le à la plaque de support sans trop forcer.



**ATTENTION ! Ne tenez pas en horizontal le corps diffusif lors de son vissage à la plaque: la cartouche pourrait sortir de son siège et se dépasser.**

Prenez note de date et horaire, introduisez une étiquette dans la poche sans la détacher de son papier anti-adhésif et exposez **radiello**. L'échantillonnage va démarrer.

3

### suggestion

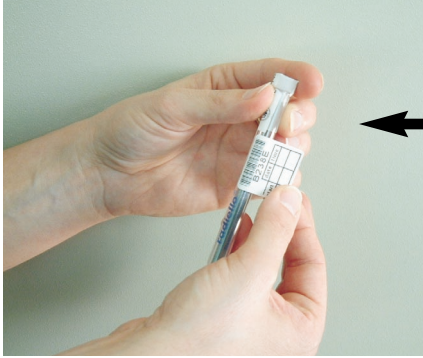
Ne touchez pas aux cartouches par les doigts surtout s'il s'agit de cartouches chimiabsorbantes.



## suggestions

Bien que l'étiquette ait été imprimée de façon à pouvoir y écrire date et horaire de début et de fin, on vous suggère d'en prendre note à part: ce sera bien difficile de reconnaître votre écriture après une semaine d'exposition aux intempéries.

**N'EMPLOYEZ PAS DE FEUTRES** en écrivant sur l'étiquette: ils contiennent de solvants qui sont piégés par **radiello**!



- 4 Récupérez la cartouche dans son tube, détachez l'étiquette de son papier anti-adhésif et collez-la autour du tube de façon que le code barres soit parallèle à la longueur du tube.

Si vous avez piégé dans le même temps des autres polluants par des cartouches différentes, **NE CONFONDEZ PAS LES TUBES**: introduisez toute cartouche dans un tube de sa propre sorte (lisez-en le code imprimé sur l'enveloppe).

## ***l'échantillonnage terminé***

Prenez note de date et horaire de fin exposition.

### **IMPORTANT**

Collez toujours l'étiquette de façon que son code barres soit parfaitement **parallèle à la longueur du tube**: toute autre façon de la coller ne permet pas de la lire par le lecteur optique.

## entretien de **radiello**

Exposé à l'extérieur ou dans les lieux de travail, le corps diffusif peut se saler à cause de la poussière dispersée en air. Les PM<sub>10</sub> sont nocives surtout au corps diffusif jaune, ses pores étant de la même grandeur des poussières.

Quand les corps se salent, vous pouvez les nettoyer comme suit.

Plongez-les dans un verre avec de l'eau et du détergeant vaisselle ou du savon de Marseille et tenez-les dans un bain ultrasons pendant 20 minutes.

Les corps diffusifs flottant, vous pouvez les plonger en introduisant dans le premier un second verre plus petit alourdi par assez d'eau à le plonger de quelque centimètre.

Le nettoyage terminé, rincez les corps diffusifs par de l'eau courante et, après, par de l'eau désionisée. Séchez-les à l'air.

**TRES IMPORTANT: N'EMPLOYEZ JAMAIS DES SOLVANTS AFIN DE NETTOYER LES CORPS DIFFUSIFS!!!**

Il est bon de remplacer les corps diffusifs après quatre-cinq nettoyages: la poussière pourrait être pénétrée si en profondeur que le nettoyage par l'eau ne suffit plus.

Le tableau suivant donne des indications concernant la fréquence de nettoyage.

Concentration de PM <sub>10</sub> µg·m <sup>-3</sup>	<30	40	>50
Nettoyez-les tous les jours d'exposition	45	30	15



## radiello-prêt-à-l'usage

**radiello-prêt-à-l'usage** peut vous aider quand vous n'avez pas le temps pour assembler sur le terrain tous les composants.

**radiello-prêt-à-l'usage** peut être acheté **tel quel** ou en pièces séparées à assembler par l'utilisateur.

Dans le modèle **tel quel**, la cartouche adsorbante est déjà enchâssée dans le corps diffusif, fermé par un bouchon en polycarbonate. L'ensemble est contenu dans un récipient hermétique en polypropylène. Au moment de l'usage, ôtez le corps diffusif de son récipient et enchâsez-le dans l'adaptateur vertical special appliqué à la plaque de support. À la fin de l'exposition, enlevez le corps diffusif de l'adaptateur et mettez-le dans le récipient en polypropylène. Enfin, fermez hermétiquement le récipient par son couvercle et envoyez l'ensemble au laboratoire pour l'analyse.

Ils sont disponibles les suivants modèles de **radiello-prêt-à-l'usage tel quel** (bouchon en polycarbonate, tube en verre ou en plastique, adaptateur vertical à encastrer, étiquette code barres et récipient en polypropylène sont fournis pour tous les modèles):

code	piégeage de	composition
123-1	BTEX ou COV	corps diffusif blanc et cartouche code 130
123-2	BTEX ou COV	corps diffusif jaune et cartouche code 145
123-3	NO <sub>2</sub> , SO <sub>2</sub> et HF	corps diffusif bleu et cartouche code 166
123-4	aldéhydes	corps diffusif bleu et cartouche code 165
123-5	ozone	corps diffusif bleu et cartouche code 172
123-6	sulfure d'hydrogène	corps diffusif bleu et cartouche code 170
123-7	ammoniac	corps diffusif bleu et cartouche code 168
123-8	acide chloridrique	corps diffusif blanc et cartouche code 169

**IMPORTANT:** avec le modèle tel quel *la plaque de support n'est pas fournie.*

Pour le **modèle à assembler**, il faut acheter séparément:

- ✓ corps diffusif (du type approprié, v. chapitres suivants)
- ✓ cartouche adsorbante (du type approprié, v. chapitres suivants)
- ✓ bouchon en polycarbonate, **code 124-1**
- ✓ adaptateur à encastrer, **code 122-1**
- ✓ récipient en polypropylène, **code 124-2**
- ✓ plaque de support, **code 121.**

En haut:

à droite, **radiello-prêt-à-l'usage** à gauche, le corps diffusif fermé par le bouchon en polycarbonate avec, le dedans, la cartouche adsorbante au milieu: l'adaptateur vertical à encastrer

à côté: la plaque de support avec l'adaptateur vertical à encastrer.

### suggestion

employer **radiello-prêt-à-l'usage** est très utile dans les lieux de travail mais il n'est pas conseillé pour échantillonner les basses concentrations typiques de l'environnement urbain ou domestique.





# les accessoires de radiello

## adaptateur vertical

code 122

Livré en paquets de 20 pièces.

Vous pouvez appliquer le corps diffusif à la plaque de support soit en horizontal soit en vertical.

Cette dernière configuration vous convient surtout quand **radiello** vient d'être porté.

On assemble **radiello** en vertical en vissant le corps diffusif à l'adaptateur vertical, appliqué à la plaque de support.



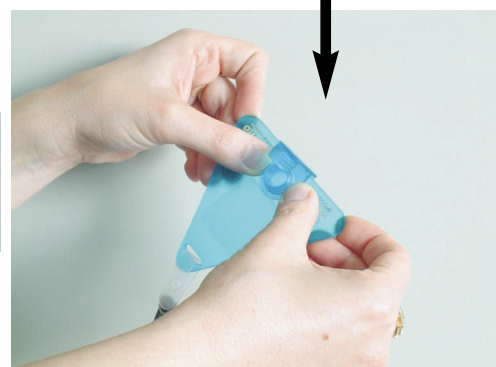
code 122



- 1 introduisez la vis de la plaque dans le trou de l'adaptateur



- 2 appuyez sur l'adaptateur par les deux pouces de façon que sa dent s'emboîte à déclic au bord de la plaque



l'adaptateur peut être détaché de la plaque en levant sa dent

### IMPORTANT

en vissant le corps diffusif n'oubliez pas de le tenir en vertical avec sa vis en haut (v. en page A6)

## abri contre les intempéries

code 196

En exposant **radiello** à l'extérieur vous pouvez l'abriter contre les intempéries par un abri en polypropylène à accrocher aux poteaux de la lumière

L'abri est livré en paquets de 10 pièces.

Il a été projeté de façon que, abritant jusqu'à quatre **radiello**, il ne soit encombrant lors du transport et qu'on l'assemble dans le terrain sans besoin d'aucun outil. Une fois assemblé, il assure le compromis le plus acceptable entre efficacité d'abri et ventilation.

Sa couleur vient d'être confondue avec celle-là de la plus part des poteaux: moins on le voit moins il sera soumis à de vandalismes.

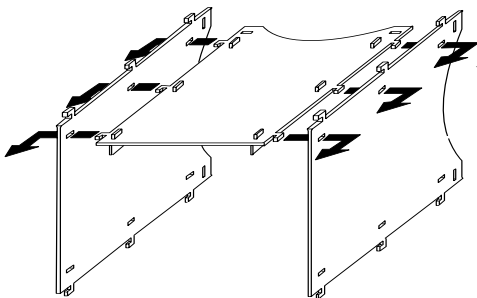
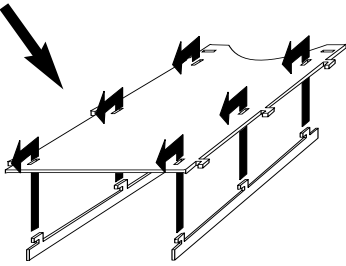




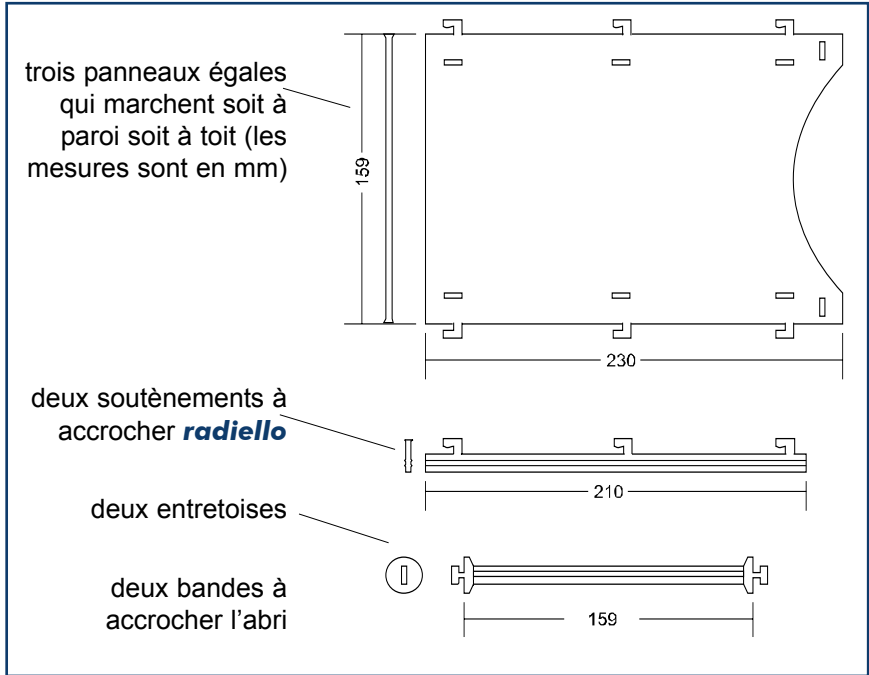
**comment l'assembler**

tous les composants se relient entre eux en s'encastant

tout d'abord on encastre les deux soutènements à accrocher **radiello** à un des panneaux: celui-ci marchera à toit

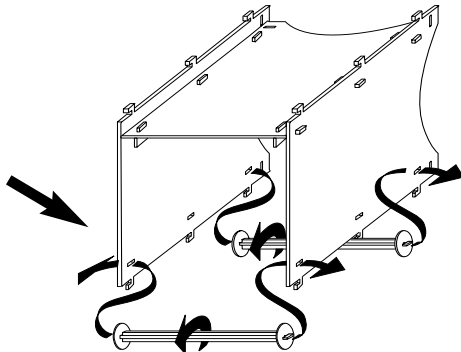


**l'abri se décompose en:**



une à la fois on encastre au toit les deux parois latérales

les deux entretoises donnent de la rigidité à l'ensemble: il faut les introduire dans les fentes en bas et les tourner 90° à déclic (cette tâche vous demande un tout petit effort)



enfin, on introduit deux bandes à accrocher dans les fentes verticales placées du côté postérieur des deux parois.

Les bandes à accrocher sont disponibles comme pièces de rechange en emballages de cent sous le **code 198**

Accrochez l'abri au poteau par les bandes mais **NE LES TIREZ PAS SI TANT À LE VOILER**. Aux poteaux de diamètre plus grand que 20 cm l'abri s'appuie par les bords postérieurs des deux parois. Si le diamètre est plus petit, il s'appuie par le bord courbe du toit et par l'entretoise postérieure. Aux poteaux bien petits l'abri pourrait s'accrocher penché ou, sinon, pourrait tourner à drapeau ou même glisser. Ça conviendra de choisir un poteau différent!

**suggestions**

Si la circonférence du poteau est plus grande que la longueur de la bande, après avoir introduit les deux bandes dans les fentes de l'abri prolongez le système d'accrochage en joignant l'une à l'autre plusieurs bandes.

En exposant **radiello** dans des endroits avec beaucoup de vent, il sera mieux de n'en introduire dans l'abri plus que deux: les averses pourraient mouiller ceux-là placés aux bouts.

## thermomètre de campagne

### codes 126 et 127

Le débit de piégeage dépendant de la température, les mesures de concentrations seront autant plus soignées que plus élevée sera la précision par laquelle vous connaîtrez la valeur moyenne de température lors de l'exposition.

Comment acquérir de valeurs certaines de température? Par MeteoFrance, par exemple. Mais êtes-vous bien sûrs que ses stations de mesure sont près des vos sites? Sont-elles placées de manière à reconnaître l'île de chaleur urbaine? Savez-vous qu'entre centre et banlieue d'une grande ville on pourrait mesurer même 4-5 degrés de différence?

### Maintenant vous pouvez établir par vous-mêmes votre station de mesure de la température par **radiello**.

Un thermomètre avec précision de  $\pm 0,5$  °C entre -10 et +80 °C a été appliqué à un adaptateur vertical (**code 126**). Il est muni d'un data-logger à 2048 données et est si petit (moins que 1 cm<sup>3</sup>) à passer tout à fait inaperçu.

Il n'y a aucune batterie à changer, il n'a pas besoin d'entretien et ne craint pas les intempéries.

Sa mémoire vous permet d'enregistrer une valeur de température tous 15 minutes pendant 22 jours ou 30 minutes pendant 43 jours ou 60 minutes pendant 85 jours ou... Sa durée est de 10 ans ou un million de lectures!

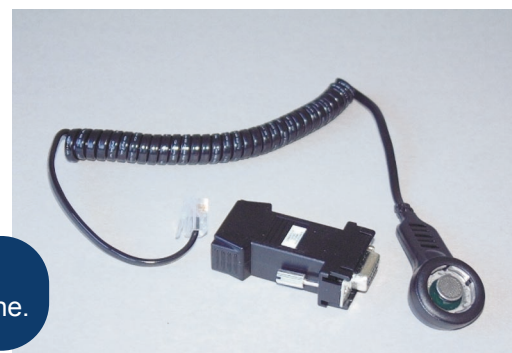
On applique le thermomètre à une plaque de support et on l'emploi bien simplement comme un **radiello**, ainsi vous mesurerez dans le même temps soit la température soit la pollution.

Par un lecteur (**code 127**) à connecter à votre ordinateur *via* porte sériele, vous programmerez votre thermomètre pour les mesures dans le terrain et, après, vous lirez les données enregistrées. Un logiciel très simple vous permettra d'élaborer les données sous forme statistique et graphique.

Un seul lecteur suffit à un nombre illimité de thermomètres. Il est livré avec son manuel d'emploi et son logiciel.



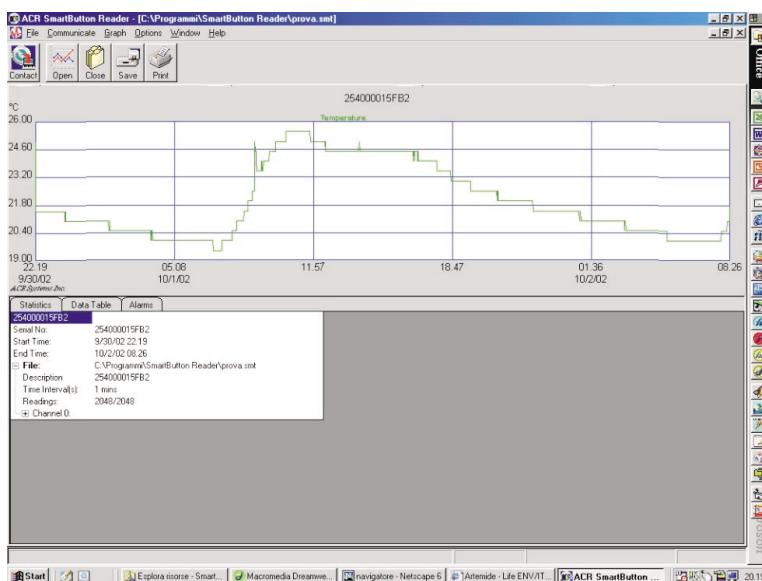
**thermomètre code 126**  
livré en paquets de trois pièces



**lecteur code 127**  
livré avec adaptateur porte sériele  
et logiciel

### suggestion

Employez un lecteur tous les dix sites de mesure de la pollution urbaine.





## solution d'étalonnage H<sub>2</sub>S

### code 171

Le code 171 vous soulage de la tâche de préparer les solutions étalon de sulfure de sodium qui sont nécessaires à établir la droite d'étalonnage lors de l'analyse de l'hydrogène soufré piégé par la cartouche code 170 (v. en page H1). En tant que délithescent le sulfure de sodium ne peut pas être employé à étalon primaire: il faut titrer toute solution dès qu'elle a été préparée. En plus, sa faible stabilité (après une heure la concentration se réduit du 10%) oblige à la titrer plusieurs fois.

Le code 171 est une solution concentrée de bleu de méthylène: diluée 1:50 avec de l'eau elle fournit la même valeur d'absorbance à 665 nm qu'une solution de sulfure de sodium à concentration de 1,145 µg·ml<sup>-1</sup> d'ion sulfure. Cette valeur a été choisie de manière à produire la valeur d'absorbance la plus élevée permise par la linéarité de réponse du spectrophotomètre.

Afin de tracer la courbe d'étalonnage, on vous suggère de diluer le code 171 suivant le tableau à côté.

Le code 171 suffit à obtenir à peu près 50 droites d'étalonnage.

Gardé bien fermé à température ambiante, la solution est stable du moins un an.

Solution	ml de	ml d'eau	équivalent à µg·ml <sup>-1</sup> de S <sup>=</sup>
A	2 de code 171	98	1,145
B	25 de A	25	0,572
C	10 de A	40	0,229
D	5 de A	45	0,115

## kit de filtration

### code 174

Le kit de filtration code 174 se décompose en 20 seringues plastique 5 ml et 20 filtres polypropylène hydrophile microporeux 13 mm diamètre et 0,45 µm porosité.

Tout composant peut être employé avec de solutions aqueuses pH 0-12 et avec les éluants HPLC en phase inverse et chromatographie ionique.



## solution d'étalonnage aldéhydes

### code 302

La droite d'étalonnage des aldéhydes (v. en page C1) est préparée par des solutions à concentration bien connue des correspondants 2,4-dinitrophénylhydrazones. Bien qu'on puisse les synthétiser même par soi-même, leur purification par cristallisation est très laborieuse et délicate. Il vous conviendra d'employer le code 302, qui vous met à disposition une solution de neuf 2,4-dinitrophénylhydrazones en concentration certifiée en un solvant compatible aux éluants HPLC. Il suffit de la diluer pour obtenir bien rapidement les étalons qu'il vous faut à l'analyse des cartouches de **radiello**.

Le code 302 est composé d'une solution en acétonitrile des 2,4-dinitrophénylhydrazones des aldéhydes ici à côté, contenue dans un vial de 10 ml avec un bouchon qu'on peut perforer. Les valeurs du tableau sont à titre indicatif mais sont bien certifiées.

Gardé bien fermé à 4 °C et à l'abri de la lumière, le code 302 est stable au moins quatre mois.

2,4-DNPH de	µg·ml <sup>-1</sup> comme aldéhyde
formaldéhyde	50
acétaldéhyde	50
acroléine	10
propanal	50
butanal	50
isopentanal	50
pentanal	50
hexanal	50
benzaldéhyde	50



## set d'étalonnage BTEX (désorption par CS<sub>2</sub>)

### code 405

Le code 405 a été conçu pour l'étalonnage lors de l'analyse des BTEX piégés en air urbain par la cartouche code 130 et désorbés par CS<sub>2</sub> (v. en page D1).

Il peut être employé soit pour l'étalonnage de routine soit pour le contrôle périodique de la fiabilité des étalons obtenus suivant ce qui va d'être suggéré en page D4.

Il se décompose en douze cartouches code 130, dont trois sont de blancs et neuf, partagées en trois groupes de trois chacun, ont été chargées de BTEX de façon à simuler des expositions de 7 jours (10080 minutes) aux concentrations du tableau à côté. Les valeurs du tableau sont à titre indicatif mais tout lot est pourvu de certification des valeurs réelles.

Les masses de chaque analyte, dont les cartouches ont été chargées, couvrent tout entier l'intervalle de concentrations qui, d'habitude, on repère en air urbain, y compris les valeurs les plus élevées.

Les BTEX viennent d'être introduits dans les cartouches par la technique de l'injection en phase vapeur sous courant d'azote d'une solution étalon en CS<sub>2</sub> des cinq composés.

Gardées à 4 °C, les cartouches sont stables au moins quatre mois.

code 405	concentrations simulées en µg·m <sup>-3</sup> (pour 7 jours d'exposition)		
	Groupe 1	Groupe 2	Groupe 3
benzène	1	10	50
toluène	2	20	100
éthylbenzène	1	10	50
m-xylène	1	10	50
p-xylène	1	10	50
o-xylène	1	10	50

## set d'étalonnage COV piégés dans les lieux de travail

### code 406

Le code 406 a été conçu pour le contrôle périodique de la fiabilité des étalons obtenus suivant ce qui va d'être suggéré en page D4, concernant les composés organiques volatiles (COV) piégés par la cartouche code 130 dans les lieux de travail.

Il se décompose en douze cartouches code 130, dont trois sont de blancs et neuf, partagées en trois groupes de trois chacun, ont été chargées de COV de façon à simuler des expositions de 8 heures (480 minutes) aux concentrations du tableau à côté. Les valeurs du tableau sont à titre indicatif mais tout lot est pourvu de certification des valeurs réelles.

On a choisi un mélange de COV simple mais composé de solvants avec des polarités bien différentes. Les masses chargées simulent des concentrations totales équivalentes à des expositions à 0,5, 1 et 2 fois la TLV pour mélanges.

Les COV viennent d'être introduits dans les cartouches par la technique de l'injection en phase vapeur sous courant d'azote d'une solution étalon en CS<sub>2</sub> des huit composés.

Gardées à 4 °C, les cartouches sont stables au moins quatre mois.

code 406	concentrations simulées en mg·m <sup>-3</sup> (pour 8 heures d'exposition)		
	Groupe 1	Groupe 2	Groupe 3
benzène	0,1	0,2	0,4
toluène	19	38	76
éthylbenzène	12	24	48
m-xylène	12	24	48
p-xylène	12	24	48
o-xylène	12	24	48
butanol	15	30	60
2-éthoxyéthyl acétate	2,5	5	10



## set d'étalonnage BTEX (désorption thermique)

### code 407

code 407	concentrations simulées en $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ (pour 7 jours d'exposition)		
	Groupe 1	Groupe 2	Groupe 3
benzène	1	5	25
toluène	2	10	50
éthylbenzène	1	5	25
m-xylène	1	5	25
p-xylène	1	5	25
o-xylène	1	5	25

Le code 407 a été conçu pour l'étalonnage lors de l'analyse des BTEX piégés en air urbain par la cartouche code 145 et désorbés par voie thermique (v. en page E1). Il peut être employé soit pour l'étalonnage de routine soit pour le contrôle périodique de la fiabilité des étalons (v. en page E5).

Il se décompose en douze cartouches code 145, dont trois sont de blancs et neuf, partagées en trois groupes de trois chacun, ont été chargées de BTEX de façon à simuler des expositions de 7 jours (10080 minutes) aux concentrations du tableau à côté. Les valeurs du tableau sont à titre indicatif mais tout lot est pourvu de certification des valeurs réelles.

Les BTEX viennent d'être introduits dans les cartouches par la technique de l'injection en phase vapeur sous courant d'azote

d'une solution étalon en méthanol des cinq composés.

Gardées à 4 °C, les cartouches sont stables au moins quatre mois.

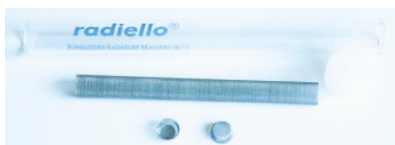
## les pièces de rechange de radiello

### Cartouche vide

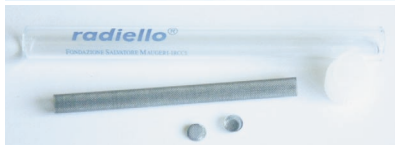
L'utilisateur peut la remplir par soi-même avec le matériel préféré.

La cartouche est livrée avec ses deux bouchons fileté acier inoxydable et son tube verre.

Elle est livrée en paquets de 20 pièces.



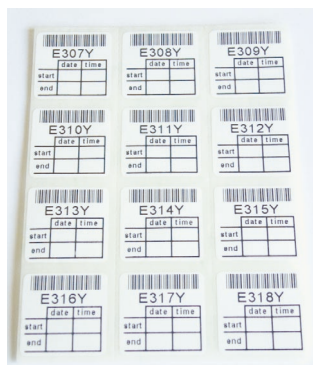
**code 175**  
filet inox 100 mesh,  
 $\Phi$  5,9 mm



**code 176**  
filet inox 100 mesh,  
 $\Phi$  4,9 mm



**code 177**  
filet inox 3x8  $\mu\text{m}$ ,  
 $\Phi$  4,9 mm



### Etiquette autoadhésive code barres

**Code 190**

Les étiquettes sont livrées en paquets de 198 pièces.

### Clip à accrocher

**Code 195**

Livré en paquet de 20 pièces.



### Bande à accrocher

**Code 198**

Pour les déplacements des abris de radiello.  
75 cm de longueur.

Livrée en paquets de 100 pièces.



### Tube

Livré en paquets de 20 pièces.



**code 199-1**  
en verre, volume 2,8 ml



**code 199-2**  
en polypropylène, volume 12 ml



# Aldéhydes

## Composants de *radiello* à employer

Corps diffusif bleu code 120-1

Plaque de support code 121

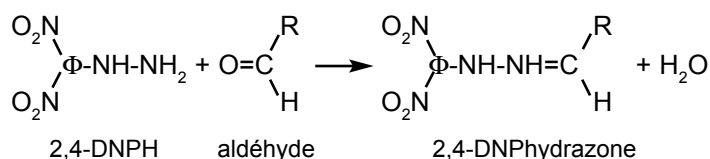
Adaptateur vertical code 122 (à option)

Cartouche chimiabsorbante code 165

Kit de filtration code 174 (seulement pour l'analyse)

## Principe

La cartouche code 165 est un tube en filet acier inoxydable 100 mesh rempli de florisol revêtu de 2,4-dinitro-phénylhydrazine (2,4-DNPH). Les aldéhydes réagissent avec la 2,4-DNPH formant le correspondant 2,4-dinitro-phénylhydrazone.



Les 2,4-dinitro-phénylhydrazones sont extraits par l'acétonitrile et sont analysés par le HPLC en phase inversée et détecteur UV.

## Débits de piégeage

Les valeurs du tableau ci-dessous ont été mesurées à 298 K (25 °C) et 1013 hPa.

	débit ml·min <sup>-1</sup>	étendue de linéarité µg·m <sup>-3</sup> ·min	limite de détection <sup>1</sup> µg·m <sup>-3</sup>	incertitude 2σ %
acétaldéhyde	84	1.000÷12.000.000	0,1	15,9
acroléine	33	3.000÷3.000.000	0,3	16,5
benzaldéhyde	92	1.000÷8.000.000	0,1	17,2
butanal	11	9.000÷10.000.000	0,9	23,5
hexanal	18	5.000÷15.000.000	0,6	20,2
formaldéhyde	99	1.000÷4.000.000	0,1	13,8
glutaraldéhyde	90	1.000÷3.000.000	0,1	14,5
isopentanal	61	1.500÷12.000.000	0,2	17,0
pentanal	27	4.000÷12.000.000	0,4	22,9
propanal	39	3.000÷8.000.000	0,3	17,1

<sup>1</sup>par suite de 7 jours d'exposition

## Effet de la température, de l'humidité et de la vitesse de l'air

Le changement du débit de piégeage avec la température en Kelvin (K) par rapport à la valeur mesurée à 298 K est donné par

$$Q_K = Q_{298} \left( \frac{K}{298} \right)^{0,35}$$

où  $Q_K$  est la valeur du débit à la température  $K$  alors que  $Q_{298}$  est celle-là à la température de référence de 298 K. Cela signifie que le débit change du ±1% pour tous 10 °C en plus ou en moins de 25 °C.

Le débit de piégeage ne change pas avec l'humidité dans l'intervalle 15-90% et avec la vitesse de l'air dans l'intervalle 0,1 et 10 m·s<sup>-1</sup>.



## Calculs

On calcule la valeur moyenne de concentration **C** en  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  durant la période d'exposition par

$$C [\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}] = \frac{m - m_b [\mu\text{g}]}{Q [\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}] \cdot t [\text{min}]} \cdot 1.000.000$$

où:

**m** = masse d'aldéhyde repérée dans la cartouche exposée en  $\mu\text{g}$

**m<sub>b</sub>** = masse d'aldéhyde repérée dans le blanc en  $\mu\text{g}$

**t** = temps d'exposition en minutes

## Exposition

La durée optimale d'exposition change avec la concentration attendue. Dans le cas du formaldéhyde, la concentration qu'on trouve d'habitude en air urbain est de  $5\text{-}30 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  alors qu'elle va devenir  $20\text{-}200 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  dans les logements. Dans les lieux de travail on peut même mesurer des concentrations de  $2.000\text{-}3.000 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  pour courtes périodes: dans ces cas-ci, il devient utile de mesurer les valeurs de pic (cela qu'on appelle STEL). Les temps d'exposition suggérés sont affichés par le tableau ci-dessous.

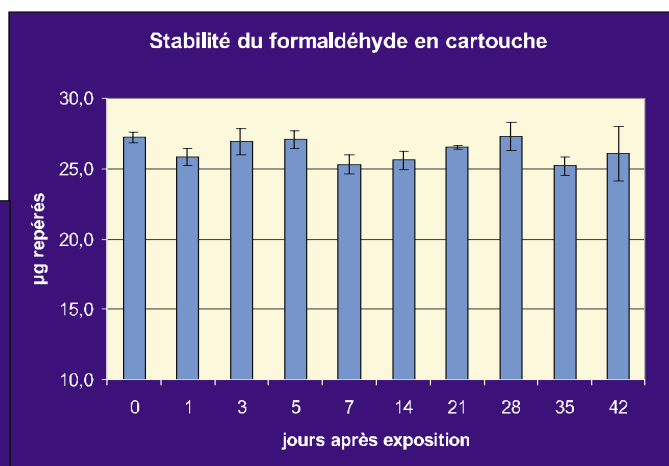
Temps d'exposition suggérés

	intérieur	extérieur	lieux de travail	
			conc. moyenne	conc. de pic
minimum	8 h	8 h	2 h	15 minutes
maximum	7 j	7 j	8 h	1 h

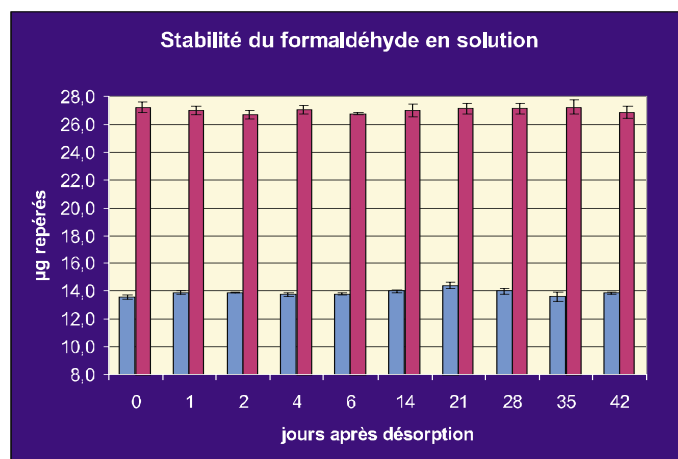
N'employez pas toutes les cartouches du même lot (le numéro de lot a été imprimé sur l'enveloppe plastique): gardez-en deux-trois à blanc.

## Durée et conservation

Il faut garder les cartouches à  $4^\circ\text{C}$  et à l'abri de la lumière. Bien gardées dans leur enveloppe intacte, les cartouches sont stables au moins six mois. La valeur de blanc originale de formaldéhyde est à peu près de  $0,1 \mu\text{g}$ : elle est équivalente à une concentration en air de  $0,1 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ , mesurée après une semaine d'exposition, ou de  $2 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  après 8 heures. La valeur de blanc peut monter pendant le temps. La date d'échéance, imprimée sur l'enveloppe plastique, se réfère au délai pendant lequel la



Stabilité du formaldéhyde après le piégeage dans la cartouche (en haut) et en solution (à gauche). Les essais concernent des cartouches exposées une semaine dans la chambre atmosphère contrôlée à  $25^\circ\text{C}$  et à 50% d'humidité relative. Les graphiques affichent la valeur moyenne et l'erreur de six cartouches.





valeur de blanc de cartouches bien gardées n'est pas devenue plus élevée que 0,2 µg. Après la date d'échéance, les cartouches sont encore utilisables autant que cela sera compatible avec la limite de détection cherchée: il suffira de contrôler la valeur de blanc avant de les employer. On ne peut pas distinguer du bruit instrumental la valeur de blanc des autres aldéhydes; si les cartouches ont été bien gardées, cette valeur n'augmente pas au moins jusqu'à la date d'échéance.

Après l'exposition, les cartouches conservées bien fermées à 4 °C sont stables au moins 60 jours; une fois ôtée la cartouche de la solution désorbante (v. Analyse), celle-ci est stable au moins 42 jours si conservée bien fermée à 4 °C (v. en page C2).

## Analyse

### Mode opératoire

#### Réactifs

- acétonitrile pour HPLC

#### Appareillage

- pipette étalon classe A 2 ml
- filtre microporeux 0,45 µm résistant à l'acétonitrile
- chromatograph liquide haute performance (HPLC) avec système d'élution en gradient de solvant et détecteur UV

#### Extraction

Introduisez 2 ml d'acétonitrile dans le tube verre sans ôter la cartouche. Agitez et attendez 30 minutes en agitant de temps en temps. Ôtez la cartouche et rejetez-la. Filtré la solution et conservez-la bien enfermée jusqu'à l'analyse. Si l'analyse n'est pas exécutée tout de suite, conservez la solution à 4 °C.

#### Analyse instrumentale

##### Matériel

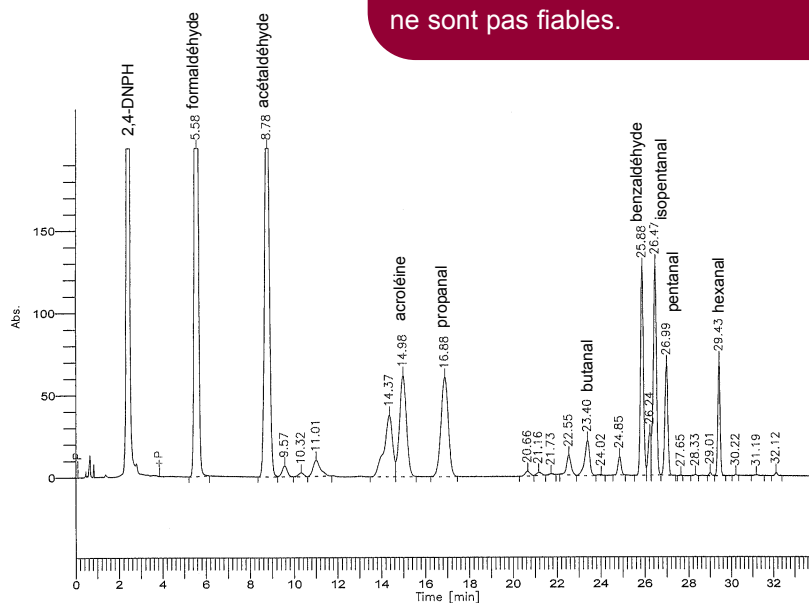
- colonne phase à silice greffée C<sub>18</sub>, 150 mm longuer, 4,6 mm diamètre, 5 µm dimensions des granules, thermostatée à 25 °C
- passeur d'échantillons (à option mais fort suggéré)

##### Procédé

Fixez le détecteur à la longueur d'onde de 365 nm. Injectez entre 10 et 50 µl de solution et éluez comme suit:

- débit: 1,9 ml/min
- programme de solvant: élution isocratique pendant 10 minutes avec acétonitrile/eau 38:62 v/v, gradient en 10 minutes jusqu'à acétonitrile/eau 75:25 v/v, gradient inversé en 5 minutes jusqu'à acétonitrile/eau 38:62 v/v.

Ici à côté le chromatogramme d'un échantillon d'air intérieur analysé suivant la méthode ci-dessus.



chromatogramme HPLC d'aldéhydes piégées par radiello

### suggestions

le kit **code 174** vous permet une filtration rapide et soignée  
la solution **code 302** vous permet de produire des courbes d'étalonnage bien soignées

**IMPORTANT:** après l'exposition le pic de la 2,4-DNPH doit être encore présent et abondant. Si ce n'est pas le cas, la cartouche a été saturée: les résultats ne sont pas fiables.

### IMPORTANT

L'**acroléine** produit trois pics, deux desquels sont en partie co-élus. Seulement le pic à temps d'élution 14,98 minutes est stable pendant le temps: il faut calculer la concentration d'après ce pic-ci en négligeant les autres.

L'**isopentanal** produit deux pics en partie co-élus: il faut en calculer la concentration par la somme des deux.



## suggestion

Si vous avez plusieurs d'analyses à faire, un lecteur de code barres vous permettra de gagner beaucoup de temps et réduira la probabilité de commettre des erreurs lors de la transcription à la main du code de l'étiquette.

N'hésitez pas à nous demander de l'aide à ce sujet.

## Interférents

### Autres composés carbonyliques

Tous les composés carbonyliques, y compris les cétones, réagissent avec la 2,4-DNPH mais n'interfèrent pas dans les conditions analytiques qui ont été justement proposées. Tout de même, bien que dans ces conditions le pic de l'acétone soit bien séparé de celui-là de l'acroléine, ce dernier vient d'être baissé d'environ 25% si la concentration de l'acétone a été plus élevée que  $50.000 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ .

### Ozone

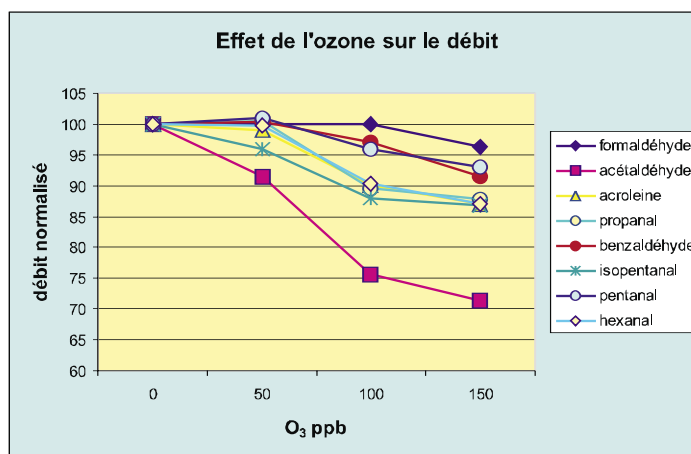
L'ozonolyse des 2,4-dinitrophénylhydrazones sur des supports actifs comme le gel de silice a été bien documentée en littérature.

Par contre, l'ozonolyse n'est pas grand-chose dans la cartouche code 166, dont le support est de florisil. Elle est négligeable pour des concentrations d'ozone jusqu'à 100 ppb, entendue comme la **valeur moyenne de toute la durée de l'exposition**. Des concentrations moyennes d'ozone plus élevées que 100 ppb étant très rares, aucun facteur de correction ne doit être introduit.

Par contre, si on est bien sûr que la concentration moyenne d'ozone pendant l'exposition a été égale ou plus élevée que 100 ppb, il faut employer les valeurs de débit de piégeage corrigées suivant le tableau ci-dessous, où  $[\text{O}_3]$  est la valeur de concentration d'ozone en ppb.

Les valeurs de débit du tableau sont celles à 298 K (25 °C): pour des températures qui diffèrent plus de  $\pm 10$  °C de celle de référence, il faut remplacer la valeur-base (par exemple,  $99 \text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$  du formaldéhyde) par celle-là qui a été calculée par l'équation en page C1.

À présent, on n'a pas des données concernant le butanal et le glutaraldéhyde.



*Débit de piégeage en fonction de la concentration d'ozone, établie égale à 100 celle mesurée à concentration zéro d'ozone. Sauf que pour l'acétaldéhyde, l'effet de l'ozone ne devient sensible qu'à des concentrations plus élevées que 100 ppb en terme de valeur moyenne de toute la durée d'exposition.*

	débit corrigé $\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$
acétaldéhyde	$84 - 0,018[\text{O}_3]^*$
acroléine	$33 - 0,027[\text{O}_3]$
benzaldéhyde	$92 - 0,05[\text{O}_3]$
hexanal	$18 - 0,02[\text{O}_3]$
formaldéhyde	$99 - 0,02[\text{O}_3]$
isopentanal	$61 - 0,06[\text{O}_3]$
pentanal	$27 - 0,01[\text{O}_3]$
propanal	$39 - 0,03[\text{O}_3]$

**Valeurs de débit corrigées en fonction de la concentration d'ozone  $[\text{O}_3]$  en ppb (n'appliquer que pour  $[\text{O}_3] > 100$  ppb)**

\*pour concentrations d'ozone égales ou plus élevées que 50 ppb



# Composés organiques volatiles (COV) désorbés par CS<sub>2</sub>

## Composants de *radiello* à employer

Corps diffusif blanc code 120

Plaque de support code 121

Adaptateur vertical code 122 (à option)

Cartouche adsorbante code 130

Ou, si préféré: *radiello-prêt-à-l'usage* code 123-1

## Principe

La cartouche code 130 est un tube filet acier inoxydable de 5,8 mm de diamètre à la maille 100 mesh, rempli avec 530±30 mg de charbon actif 35-50 mesh. Les composés organiques volatiles sont piégés par adsorption, sont désorbés par disulfure de carbone et sont analysés par la chromatographie gazeuse capillaire détecteur FID.

## Débits de piégeage

Le tableau en page **D2** montre les valeurs du débit de piégeage à 298 K (25 °C) et 1013 hPa, mesurées dans la chambre atmosphère étalon. La valeur de débit de tout composé non inclus dans le tableau, mais au coefficient de diffusion bien connu<sup>1</sup>, peut être estimée par la [5] de page A2, compte tenant que la valeur de la constante géométrique du corps diffusif blanc avec la cartouche code 130 est 14,145±0,110 cm. Plusieurs essais dans la chambre atmosphère contrôlée prouvent que la valeur estimée du débit, d'habitude, n'est plus éloignée que ±10% de celle expérimentale.

## Effet de la température, de l'humidité et de la vitesse de l'air

Le changement du débit de piégeage avec la température en Kelvin (K) par rapport à la valeur mesurée à 298 K est donné par

$$Q_K = Q_{298} \left( \frac{K}{298} \right)^{1,5} \quad K$$

où  $Q_K$  est la valeur du débit à la température K alors que  $Q_{298}$  est celle-là à la température de référence de 298 K. Cela signifie que le débit change du ±5% pour tous 10 °C en plus ou en moins de 25 °C.

Le débit de piégeage ne change pas avec l'humidité dans l'intervalle 15-90% et avec la vitesse de l'air dans l'intervalle 0,1 et 10 m·s<sup>-1</sup>.

<sup>1</sup>Lugg G.A.: Diffusion Coefficients of Some Organic and Other Vapors in Air. *Anal. Chem.* **40-7**:1072-1077 (1968).

## Calculs

Le rendement de récupération par le disulfure de carbone est déjà inclus dans les valeurs du tableau. Donc, **aucun facteur de correction ne doit être introduit** lors du calcul de la concentration par la masse piégée et le temps d'exposition.

On calcule la valeur moyenne de la concentration **C** en µg·m<sup>-3</sup> durant la période d'exposition par

$$C [\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}] = \frac{m [\mu\text{g}]}{Q_K [\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}] \cdot t [\text{min}]} \cdot 1.000.000$$

où:

**m** = masse récupérée en µg

**t** = temps d'exposition en minutes



## Débits de piégeage à 25°C (298 K) et 1013 hPa

	débit ml·min <sup>-1</sup>	étendue de linéarité µg·m <sup>-3</sup> ·min	incertitude à 2σ %	notes
acétone	77	10.000-600·10 <sup>6</sup>	7,0	<b>a</b>
acétonitrile	73	10.000-6·10 <sup>6</sup>	8,2	<b>b</b>
acrylonitrile	75	1.000-50·10 <sup>6</sup>	2,2	
alcool benzylique	37	1.000-800·10 <sup>6</sup>	6,5	
amyle acétate	52	1.000-800·10 <sup>6</sup>	3,4	
benzène	80	500-500·10 <sup>6</sup>	1,8	
bromochlorométhane	70	50.000-1.000·10 <sup>6</sup>	1,4	
butanol	74	1.000-500·10 <sup>6</sup>	5,0	
sec-butanol	64	1.000-300·10 <sup>6</sup>	5,2	
ter-butanol	62	1.000-300·10 <sup>6</sup>	5,5	
butyl acétate	60	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	3,0	
2-butoxyéthanol	56	1.000-100·10 <sup>6</sup>	5,7	
2-butoxyéthyl acétate	41	1.000-100·10 <sup>6</sup>	5,5	
cyclohexane	54	500-500·10 <sup>6</sup>	4,5	
cyclohexanone	68	5.000-120·10 <sup>6</sup>	4,2	
cyclohexanol	54	5.000-120·10 <sup>6</sup>	4,5	
chlorobenzène	68	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	3,6	
chloroforme	75	100.000-60·10 <sup>6</sup>	9,7	<b>a</b>
n-décane	43	500-1.000·10 <sup>6</sup>	1,1	
diacéton alcool	43	500-1.000·10 <sup>6</sup>	4,5	
1,4-dichlorobenzène	51	1000-1.000·10 <sup>6</sup>	7,7	
1,2-dichloroéthane	77	1000-500·10 <sup>6</sup>	8,2	
1,2-dichloropropane	66	500-250·10 <sup>6</sup>	4,5	
dichlorométhane	90	500-60·10 <sup>6</sup>	8,7	
N,N-diméthylformamide	82	1000-200·10 <sup>6</sup>	14,5	<b>c</b>
1,4-dioxane	68	1000-600·10 <sup>6</sup>	5,5	
n-dodécane	8	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	4,7	
n-heptane	58	5.000-1.500·10 <sup>6</sup>	3,0	
n-hexane	66	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	2,5	
1-hexanol	52	5.000-120·10 <sup>6</sup>	5,5	
éthanol	102	10.000-500·10 <sup>6</sup>	7,5	<b>a-b</b>
éthyl ether	78	5.000-500·10 <sup>6</sup>	12,0	<b>a</b>
éthyl acétate	78	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	1,5	
éthylbenzène	68	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	2,4	
2-éthyl-1-hexanol	43	5.000-500·10 <sup>6</sup>	10,1	
2-éthoxyéthanol	55	500-50·10 <sup>6</sup>	6,7	<b>b</b>
2-éthoxyéthyl acétate	54	10.000-100·10 <sup>6</sup>	2,5	
éthyl-ter-butyl éther (ETBE)	61	500-200·10 <sup>6</sup>	3,0	
isobutanol	77	1.000-300·10 <sup>6</sup>	2,5	
isobutyl acétate	63	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	5,2	
isooctane	55	500-1.000·10 <sup>6</sup>	3,2	
isopropanol	52	10.000-400·10 <sup>6</sup>	12,0	<b>b</b>
isopropyl acétate	66	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	9,9	
isopropylbenzène	58	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	2,7	
limonène	43	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	10,0	
méthanol	125	10.000-250·10 <sup>6</sup>	9,2	<b>a-b</b>
méthyl acétate	80	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	12,0	
méthyl-ter-butylether (MTBE)	65	500-200·10 <sup>6</sup>	2,5	
méthylcyclohexane	66	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	6,5	



	débit ml·min <sup>-1</sup>	étendue de linéarité µg·m <sup>-3</sup> ·min	incertitude à 2σ %	notes
méthylcyclopentane	70	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	2,5	
méthyléthylcétone	79	1.000-500·10 <sup>6</sup>	1,6	
méthylisobutylcétone	67	1.000-250·10 <sup>6</sup>	8,7	
méthyl méthacrylate	68	1.000-500·10 <sup>6</sup>	2,5	
2-méthylpentane	70	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	2,5	
3-méthylpentane	70	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	2,5	
2-méthoxyéthanol	35	5.000-100·10 <sup>6</sup>	11,0	b
2-méthoxyéthyl acétat	56	2.000-100·10 <sup>6</sup>	3,0	
1-méthoxy-2-propanol	55	1.000-350·10 <sup>6</sup>	6,0	
1-méthoxy-2-propyl acétate	60	2.000-350·10 <sup>6</sup>	6,2	
naphtalène	25	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	7,0	
n-nonane	48	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	5,4	
n-octane	53	500-1.000·10 <sup>6</sup>	3,2	
pentane	74	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	1,9	
α-pinène	53	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	7,0	
propyl acétate	65	500-1.000·10 <sup>6</sup>	7,5	
propylbenzène	57	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	2,9	
styrène	61	1.000-500·10 <sup>6</sup>	3,0	
tétrachloroéthylène	59	10.000-500·10 <sup>6</sup>	2,5	
tétrachlorure de carbone	67	100.000-60·10 <sup>6</sup>	9,0	
tétrahydrofurane	74	2.000-250·10 <sup>6</sup>	11,0	b
toluène	74	500-1.000·10 <sup>6</sup>	1,5	
1,1,1-trichloroéthane	62	5.000-1.000·10 <sup>6</sup>	5,5	
trichloroéthylène	69	5.000-1.000·10 <sup>6</sup>	2,4	
1,2,4-triméthylbenzène	50	500-1.000·10 <sup>6</sup>	6,6	
n-undécane	24	1.000-1.000·10 <sup>6</sup>	10,0	
m-xylène	70	500-1.000·10 <sup>6</sup>	2,5	
o-xylène	65	500-1.000·10 <sup>6</sup>	2,5	
p-xylène	70	500-1.000·10 <sup>6</sup>	2,5	

Note:

- a** = composé adsorbé de manière faible. Il peut être partiellement déplacé par des composés plus lourds dispersés dans le même temps dans les lieux de travail en concentration élevée. Dans ce cas-là on suggère de réduire le temps d'exposition au-dessous de 8 heures.
- b** = l'exposition de longue durée en air à humidité plus élevée que 80% entraîne une forte adsorption d'eau. L'eau adsorbée n'interfère pas dans le piégeage mais vient d'être désorbée par le disulfure de carbone en se séparant du solvant. Certains composés bien solubles dans l'eau se partagent entre eau et disulfure de carbone: leur concentration réelle vient d'être sous-estimée lors de l'injection de la phase organique dans le gaz-chromatographe. Dans ces cas-là on suggère d'ajouter par une micro-seringue 50 µl d'eau aux cartouches employées pour la droite d'étalonnage (v. Analyse).
- c** = désorption peu reproductible par le disulfure de carbone. On suggère de remplacer le CS<sub>2</sub> par du méthanol.

## Limite de détection

La limite de détection dépend de l'instrumentation et des conditions analytiques. La concentration environnementale détectable la plus faible peut être estimée en appliquant l'équation en page D1, où *m* est la valeur détectable la plus petite de la masse, mesurée par voie expérimentale composé par composé. Sous les conditions analytiques de page D4, la limite de détectabilité FID après 7 jours d'exposition est comprise, en général, entre 0,05 et 1 µg·m<sup>-3</sup> selon le composé.

La limite de détection ne peut être tout de même pas plus petite que la valeur inférieure de l'étendue de linéarité du tableau.



## Exposition

La capacité adsorbante de la cartouche code 130 est fort élevée: à peu près 80 mg de COV, équivalent à une exposition totale de 3.000-3.500 mg·m<sup>-3</sup> pour 8 heures ou de 70.000-80.000 µg·m<sup>-3</sup> pour 14 jours. Tout de même, si la masse totale piégée vous résulte, lors de l'analyse, proche de 80 mg, le débit de piégeage pourrait avoir été non linéaire. Dans ce cas-là on vous suggère de répéter l'échantillonnage par des temps d'exposition plus courts.

## Lieux de travail

Ce n'est pas rare qu'il y ait de concentrations de solvants de 2.000-3.000 mg·m<sup>-3</sup> en air dans les lieux de travail. La grande capacité adsorbante de la cartouche code 130 vous permet le monitoring de ces lieux pendant tout le service de 8 heures; d'autre part, le débit de piégeage de **radiello** est si élevé à vous permettre la mesure soignée de la pollution même après des expositions de très courte durée. Par exemple, 15 minutes suffisent pour mesurer une concentration de benzène de 0,1 mg·m<sup>-3</sup>.

Donc, vous pouvez employer **radiello** afin d'évaluer soit la TWA soit la STEL.

## Intérieur et extérieur (*indoors et outdoors*)

La grande valeur du débit de piégeage vous permet des limites de détection très basses même pour des expositions relativement brèves. Par exemple, vous pouvez doser le benzène à concentration de 2 µg·m<sup>-3</sup> avec une incertitude du 4% après une exposition de 8 heures. La limite se baisse à 0,1 µg·m<sup>-3</sup> des suites d'une exposition de 7 jours.

On vous suggère de temps d'exposition entre 8 heures et 30 jours avec une durée optimale de 7 jours.

## Durée et conservation

Le complexe procédé de dépuración des cartouches vous assure une valeur de blanc chromatographique exceptionnellement faible, jamais trois fois plus élevée que le bruit du FID à son atténuation la plus petite. D'autre part, la durée de la capacité adsorbante du charbon actif est virtuellement illimitée.

Les cartouches gardées dans un endroit frais et non pollué, la valeur de blanc et la capacité adsorbante ne changent pas au moins jusqu'à deux ans de leur préparation. La date d'échéance et le numéro du lot ont été imprimés sur l'enveloppe plastique. Cette dernière marche à scellés.

Après l'exposition, les cartouches gardées bien enfermées dans un endroit frais et non pollué sont stables au moins six mois.

## Analyse

### Désorption

Employez toujours des pipettes ou des doseurs volumétriques étalonnés en classe A. Sans enlever la cartouche de son tube verre, introduisez-y 2 ml de CS<sub>2</sub> et 100 µl d'étalon intérieur (v. en page suivante). Secouez de temps en temps pendant 30 minutes. Si l'analyse n'est pas accomplie tout de suite, ôtez la cartouche et rejetez-la.

**Attention: ça sent le CS<sub>2</sub> qui est même toxique!**

### Étalonnage

#### Mesure de BTEX à l'extérieur

Si l'analyse est visée à la mesure de la concentration de benzène, toluène, éthylbenzène et xylènes isomères (BTEX), préparez trois ou quatre solutions étalon dont les concentrations en mg·l<sup>-1</sup> soient comprises dans les intervalles en page suivante:

### IMPORTANT

n'employez que du CS<sub>2</sub> haute pureté, par exemple Fluka code 84713 ou Aldrich code 34,227-0

### ATTENTION

les vapeurs de CS<sub>2</sub> passent travers le bouchon des tubes même à 4°C: le volume du liquide se baisse du 4-5% par jour. Si vous avez y introduit l'étalon intérieur il ne s'agit que d'un problème d'odeur...





jusqu'à 135 °C, 20 °C · min<sup>-1</sup> jusqu'à 220 °C isotherme finale 10'. Le tableau ci-dessous vous donne des temps d'élu-tion dans les conditions chromatographiques juste décrites.

	temps de élution minutes
méthanol	4,834
éthanol	5,340
acétone	5,712
isopropanol	5,835
pentane	6,121
méthyl acétate	6,346
dichlorométhane	6,405
2-méthylpentane	7,559
méthyléthylcétone	7,719
3-méthylpentane	7,941
éthyl acétate	8,331
n-hexane	8,402
isobutanol	8,763
méthylcyclopentane	9,350
1,1,1-trichloroéthane	9,636
butanol	9,956
isopropyl acétate	9,978
benzène	10,203
1-méthoxy-2-propanol	10,424
cyclohexane	10,580
1,2-dichloropropane	11,285
trichloroéthylène	11,625
isooctane	11,667
2-éthoxyéthanol	11,831
propyl acétate	11,868
n-heptane	12,068
1-éthoxy-2-propanol	12,775
méthylcyclohexane	12,912
méthylsobutylcétone	13,258
isobutyl acétate	14,005
toluène	14,055
butyl acétate	15,279
n-octane	15,435
tétrachloroéthylène	15,601
diacétone alcool	15,915
1-méthoxy-2-propyl acétate	16,609
éthylbenzène	16,997
m+p-xylène	17,241
cyclohexanone	17,436
cyclohexanol	17,436
styrène	17,716
o-xylène	17,832
2-butoxyéthanol	17,880
n-nonane	18,186
α-pinène	19,129
n-décane	20,334
n-undécane	22,142

## Pouvez-vous trouver une cartouche pareille?



### le récipient

La cartouche est fabriquée d'un filet acier inoxydable AISI 316 à maille de 100 mesh, électro-soudé en forme de tube sans aucune métal étranger, avec une tolérance en diamètre de ±0,05 mm et de ±0,1 mm en longueur.

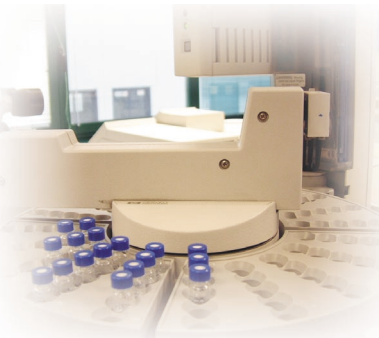
### le contenu

On emploie du charbon actif végétal dont la valeur de la surface adsorbante spécifique est une des plus élevées du marché. Sa valeur de blanc, faible de manière extraordinaire, vient d'être acquise par la dépuración en lit-fluide sous courant d'azote à 450 °C pendant

16 heures. La technique du lit-fluide non seulement assure une dépuración à fond du charbon mais permet aussi le contrôle sévère de la granulométrie, les fractions plus petites que 50 µm et plus grosses que 35 µm venant d'être séparées par ventilation.

### la fabrication

La cartouche est remplie par un appareillage automatique bien complexe, projetée et construite par nous-mêmes, qui évite toute occasion de contamination lors de la phase critique du remplissage. En plus, le système de dosage est si soigné que le poids ne change plus que le 2% d'une cartouche à l'autre.



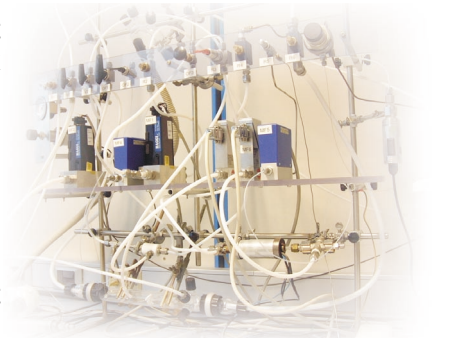
### les contrôles

La production terminée, tout lot de cartouches est soumis à contrôles statistiques de la valeur de blanc. Tout lot, dont la valeur de blanc des BTEX est plus élevée que 20 ng, est rejeté.

## la mesure du débit

Le débit de piégeage est mesuré dans notre chambre atmosphère étalon. Il s'agit d'un appareillage bien complexe, unique en Italie et un parmi les peu nombreux en Europe, qui nous permet la génération dynamique à débit très élevé (en moyenne 50 l·min<sup>-1</sup>) de concentrations comprises entre 1 µg·m<sup>-3</sup> et 1.000 mg·m<sup>-3</sup> (dynamique linéaire de 1:10<sup>6</sup>) de tout composé à essayer, seul ou en mélange. Les échantillons peuvent être exposés à température entre -20 °C et 60 °C, humidité relative entre 5 et 100% et vitesse de l'air entre 0,1 et 10 m·s<sup>-1</sup>.

Toute mesure de débit est étalon primaire en tant que mesuré en masse et non pas en volume. Tout paramètre (débit, température, humidité...) est enregistré et tout enregistrement équipe la certification.





# Composés organiques volatiles (COV) désorbés thermiquement

## Composants de **radiello** à employer

Corps diffusif jaune code 120-2

Plaque de support code 121

Adaptateur vertical code 122 (à option)

Cartouche adsorbante code 145

## Principe

La cartouche code 145 est un tube 4,8 mm de diamètre en filet acier inoxydable à la maille 3x8  $\mu\text{m}$ , rempli avec 350 $\pm$ 10 mg de charbon graphité (Carbograph 4) 35-50 mesh. Les composés organiques volatiles sont piégés par adsorption, sont désorbés par la désorption thermique et sont analysés par la chromatographie gazeuse capillaire détecteur FID ou MS.

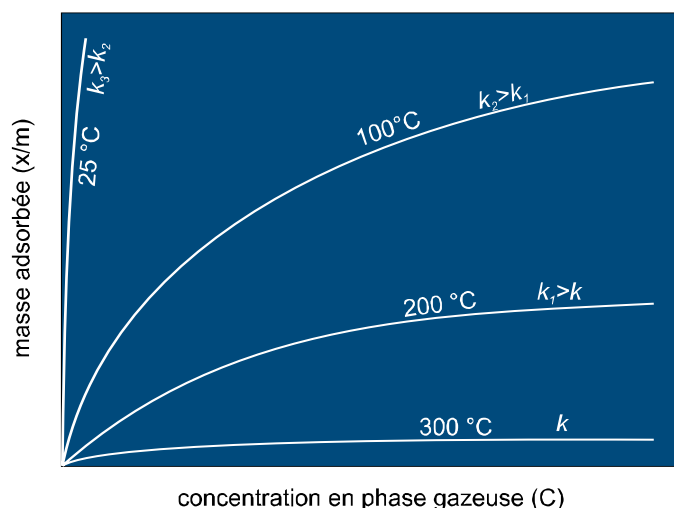
## Notes générales

La désorption thermique est une technique convenant mais bien délicate dont l'emploi n'est pas si général que la désorption par du solvant.

La récupération des composés piégés exploite les différentes formes que l'isotherme d'adsorption prend en fonction de la température. La désorption des composés piégés devant se passer le plus quantitativement que ce soit possible à température modérée, les seuls adsorbants permis sont ceux-là faibles, dont la surface active est entre 10 et 50 fois moins étendue que celle-là du charbon actif.

Donc, l'emploi de la désorption thermique engage à un examen préliminaire soigné du couple adsorbant-composé à piéger-désorber. Des adsorbants forts sont permis avec de composés très volatiles, il faut pourtant remarquer que les composés plus lourds ne seront désorbés que partiellement.

En tout cas, le risque de rétro-diffusion (v. en page A3) est toujours aux aguets: à cause de la faiblesse de l'adsorbant, les composés plus lourds ont la tendance à déplacer ceux-là plus légers. Donc, bien qu'on ait choisi l'adsorbant le plus approprié vis-à-vis des composés qui intéressent, il faut rappeler qu'en air réel on peut trouver de centaines de composés différents de ceux-là recherchés et dispersés en concentration tout à fait imprévisible. C'est pour ça que, dans le but d'assurer de temps d'exposition raisonnablement longs, il a été nécessaire réduire le débit de piégeage en remplaçant le corps diffusif blanc code 120 par celui-là jaune code 120-2. La dimension plus petite des pores et l'é-



Un composé gazeux vient d'être adsorbé par un adsorbant solide suivant une courbe appelée isotherme de Freundlich qui peut être exprimée par  $x/m = kC^{1/n}$ , où  $x/m$  est le rapport entre la masse du composé adsorbée ( $x$ ) et celle de l'adsorbant ( $m$ ) et  $C$  est la concentration à l'équilibre en phase gazeuse.  $k$  et  $n$  sont des constantes dont la valeur change avec la température et le couple adsorbé-adsorbant.  $k$  est lié à la température d'une fonction inversée et  $n$  devient autant plus proche à 1 que plus élevée est la force de l'adsorbant.

A basse température,  $x/m$  dépend de la concentration en air de manière quasiment linéaire (v. la courbe à 25 °C): cela vous permet le piégeage. A haute température, la masse piégée est très petite n'importe pas quelle que soit la valeur de concentration en phase gazeuse: cela vous permet la récupération du composé piégé par échauffage (v. la courbe à 300 °C).

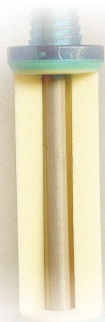
Afin que la récupération soit la plus quantitative possible, il est nécessaire que  $k$  et  $n$  soient bien petites. Mais cela est en désaccord avec une bonne efficacité de piégeage. En d'autres termes, les composés qui sont fort piégés à température ambiante ne sont que partiellement récupérés thermiquement. Par contre, les composés bien désorbés thermiquement ne sont que partiellement adsorbés à température ambiante.



paissseur plus grosse de la paroi élèvent la longueur du parcours diffusif de manière à réduire à moins d'un tiers le débit de piégeage par comparaison avec celui-là qu'on pourrait acquérir par le corps blanc.

Enfin, certains composés n'étant pas stables à l'échauffage, leur décomposition thermique entraîne une sous-évaluation de la concentration réelle ou l'apparition de pics fantômes.

Malgré tout, en tant que bien simple à exécuter, la désorption thermique est une technique analytique excellente. En plus, elle n'oblige pas à l'emploi d'un solvant toxique comme le disulfure de carbone, assure des limites de sensibilité analytique très basses, permet l'emploi de la spectrométrie de masse et la récupération de la cartouche adsorbante. Le compromis le plus acceptable entre capacité adsorbante et rendement de récupération thermique vis-à-vis de plusieurs composés vient d'être pourvu par le Carbograph 4. Au moins, pour autant qui nous résulte d'après nos essais.



## Débits de piégeage

Le tableau en page **E3** montre les valeurs des débits de piégeage à 298 K (25 °C) et 1013 hPa. Toute valeur est expérimentale. Les essais d'exposition ont été exécutés jusqu'aux valeurs en  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{min}$  du tableau: tout débit de piégeage est linéaire au moins jusqu'à ces valeurs-là pour de concentrations totales de COV pas plus élevées que  $2.000\ \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ .

## Effet de la température, de l'humidité et de la vitesse de l'air

Le changement du débit de piégeage avec la température en Kelvin (K) par rapport à la valeur mesurée à 298 K est donné par

$$Q_K = Q_{298} \left( \frac{K}{298} \right)^{1,5}$$

où  $Q_K$  est la valeur du débit à la température K alors que  $Q_{298}$  est celle-là à la température de référence de 298 K.

Le débit de piégeage ne change pas avec l'humidité dans l'intervalle 15-90% et avec la vitesse de l'air dans l'intervalle 0,1 et 10  $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ .

N'exposez pas **radiello** à la pluie: bien que l'eau piégée ne soit pas grand-chose, elle pourrait quand même gêner lors de l'analyse.

## Calculs

Le rendement de récupération thermique est déjà inclus dans les valeurs du tableau. Donc, **aucun facteur de correction ne doit être introduit** lors du calcul de la concentration par la masse piégée et le temps d'exposition sauf celui-là qui dépend de la température.

On calcule la valeur moyenne de la concentration  $C$  en  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  durant la période d'exposition par

$$C [\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}] = \frac{m [\mu\text{g}]}{Q_K [\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}] \cdot t [\text{min}]} \cdot 1.000.000$$

où:

$m$  = masse réperée en  $\mu\text{g}$

$t$  = temps d'exposition en minutes

## Exposition

### Lieux de travail

La faible capacité adsorbante de la cartouche en déconseille l'emploi dans les lieux de travail.



### Intérieur et extérieur (indoors et outdoors)

Les cartouches à désorption thermique sont bien appropriées à des expositions de longue durée à faibles concentrations, surtout si l'analyse est accomplie par la gaz chromatographie-spectrométrie de masse (GC-MS).

Les temps d'expositions suggérés sont compris entre 8 heures et les valeurs en jours du tableau. Bien qu'aussi longtemps que 14 jours soit permis pour plusieurs composés, on vous suggère de ne pas exposer les cartouches plus longtemps que 7 jours.

Si vous soupçonnez qu'il y a de concentrations totales de COV plus élevées que  $2.000 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ , réduisez la durée d'exposition au-dessous de la valeur maximale du tableau.

### Débits de piégeage à 25°C (298 K) et 1013 hPa

	débit $\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$	temps maximum de exposition en jours	linéaire j.'à $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{min}$	incertitude à $2\sigma$ %	limite détection <sup>1</sup> $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$
benzène	27,8	7	410.000	8,3	0,05
benzène	26,8	14	410.000 <sup>2</sup>	7,5	0,05
butyl acétate	24,5	14	580.000	12,4	0,05
2-butoxyéthanol	19,4	14	550.000	9,7	0,1
cyclohexane	27,6	7	470.000	14,7	0,1
n-décane	22,3	14	450.000	22,4	0,1
1,4-dichlorobenzène	22,0	14	650.000	9,5	0,1
diméthyl disulfure	23,7	7	500.000	9,1	0,04
n-heptane	25,3	14	420.000	7,6	0,05
n-hexane	25,5	7	420.000	10,9	0,05
éthylbenzène	25,7	14	550.000	9,1	0,01
éthyl-ter-butyl ether	30,0	7	600.000	--	0,1
2-éthyl-1-hexanol	14,3	14	550.000	17,4	0,07
2-éthoxyéthanol	26,0	14	570.000	7,7	0,05
2-éthoxyéthyl acétate	20,9	14	600.000	8,0	0,05
isopropyl acétate	25,8	7	540.000	9,6	0,1
limonène	12,8	14	550.000	24,8	0,2
méthyl-ter-butyl ether (MTBE)	30,0	7	600.000	--	0,2
2-méthoxyéthanol	4,0	7	1.000.000	--	1,0
2-méthoxyéthyl acétate	21,0	7	1.000.000	--	0,1
1-méthoxy-2-propanol	26,6	7	600.000	11,6	0,2
n-nonane	21,0	14	440.000	11,8	0,07
n-octane	24,1	14	440.000	13,4	0,07
$\alpha$ -pinène	6,4	14	550.000	29,5	0,2
styrène	27,1	14	550.000	24,0	0,01
tétrachloroéthylène	25,4	7	1.000.000	8,9	0,02
toluène	30,0	14	550.000	8,3	0,01
1,1,1-trichloroéthane	20,0	7	300.000	13,0	0,1
trichloroéthylène	27,1	7	800.000	9,5	0,02
1,2,4-triméthylbenzène	21,9	14	550.000	9,6	0,05
n-undécane	12,0	14	520.000	32,7	0,05
m-xylène	26,6	14	550.000	11,3	0,01
o-xylène	24,6	14	550.000	9,1	0,01
p-xylène	26,6	14	550.000	11,3	0,01

<sup>1</sup>par détecteur MS, dans les conditions analytiques du paragraphe Analyse et après 7 jours d'exposition

<sup>2</sup>pour des concentrations totales de COV pas plus élevées que  $500 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$

### Durée et conservation

Par suite du complexe procédé de déuration, la valeur de blanc des cartouches est très faible. La durée de la capacité adsorbante du charbon graphité étant virtuellement illimitée, l'échéance de cartouches bien gardées dans un endroit pas

radiello a été breveté par FONDAZIONE SALVATORE MAUGERI-IRCCS

Centre de Recherches Environnementales - via Svizzera, 16 - I 35127 PADOVA  
tel. 0039 0498 064 511 fax 0039 0498 064 555 e.mail fsmmpd@fsm.it





pollué de COV est très longue, au moins 18 mois. Date d'échéance et numéro de lot ont été imprimés sur l'enveloppe plastique.

Après exposition, les cartouches gardées bien enfermées dans un endroit frais et non pollué sont stables au moins trois mois.

## Analyse

Les méthodes qui viennent d'être ci proposées ont été développées avec le désorbeur thermique Turbomatrix de Perkin-Elmer, couplé au gaz chromatographe-spectromètre de masse MSD 5973 d'Agilent. Il n'y a pas de problème à les transférer à d'autres instrumentations, peut-être bien avec des changements suivant l'expérience de l'analyste et les performances de l'instrumentations.

Ce sont deux les méthodes proposées: l'une pour les BTEX et l'autre pour les COV. La première est plus appropriée à l'analyse des échantillons exposés en air urbain où, d'habitude, on ne cherche que benzène, toluène, éthylbenzène et xylènes. La deuxième a été visée aux monitorages intérieurs en tant que permettant la quantification de tous les composés du tableau en page E3 et la recherche qualitative plus générale. Les deux méthodes ne diffèrent entre elles que pour certaines valeurs de température: plus élevée celle de désorption des COV et plus élevée celle de cryofocalisation des BTEX. Cette dernière mesure est nécessaire afin d'éviter la formation de bouchons de glace par l'eau piégée lors de l'exposition à l'extérieur.

## Désorption

Le tube 1/4" dont le Turbomatrix est équipé doit être bien vide et libre: enlevez-en le disque filet acier inoxydable placé à l'intérieur et, s'il y a, même les ressorts. Le diamètre extérieur de la cartouche code 145 est exactement le même que le diamètre intérieur du tube du Turbomatrix. En plus, sa longueur est telle que, en l'introduisant dans le tube jusqu'à la gravure, elle s'y place justement au milieu.

Pas tous les tubes Perkin-Elmer ont exactement le même diamètre intérieur: il peut arriver qu'on doive y enfoncer la cartouche par un outil (par exemple, le piston métallique d'une microseringue 500 µl ou, s'il n'y en a pas, même un morceau de fil de fer 2-3 mm de diamètre). Au contraire, le diamètre pourrait être plus grand que celui moyen: dans ce cas-là, la cartouche y pénètre si librement que pourrait être déplacée du milieu même par le gaz désorbant. Afin d'empêcher le déplacement de la cartouche, ça suffira d'en déformer un tout petit peu un des bouts par les doigts.

Une fois le tube enfermé, on va le placer dans le passeur du Turbomatrix, les gravures en bas.

Les conditions de désorption ci-dessous ont été développées afin d'acquérir les résultats les plus fiables par de cartouches exposées sept jours aux concentrations habituelles de la pollution urbaine et intérieure. Des temps d'exposition plus courts ou des



*En général, on n'a pas besoin d'enfoncer la cartouche dans le tube Turbomatrix: il suffit de la faire tomber de son tube verre. Si ça n'arrive pas, il faut s'aider par un outil.*

### BTEX

#### Températures et temps

- ✓ Désorption: 320°C pendant 10 minutes
- ✓ Piège (Tenax TA): lors de l'adsorption 2 °C, lors de la désorption 99 °C/sec jusqu'à 290 °C, 1 minute à 290 °C
- ✓ Valve 6 voies: 150 °C
- ✓ Transfer line: 200 °C

#### Débits

- ✓ Gaz désorbant: helium 24 psi
- ✓ Débit de désorption: 100 ml·min<sup>-1</sup>
- ✓ Débit au piège: 10 ml·min<sup>-1</sup>
- ✓ Split à la colonne: 30 ml·min<sup>-1</sup>

### COV

#### Températures et temps

- ✓ Désorption: 370°C pendant 15 minutes
- ✓ Piège (Tenax TA): lors de l'adsorption -20 °C, lors de la désorption 99 °C/sec jusqu'à 290 °C, 1 minute à 290 °C
- ✓ Valve 6 voies: 150 °C
- ✓ Transfer line: 200 °C

#### Débits

- ✓ Gaz désorbant: helium 24 psi
- ✓ Débit de désorption: 100 ml·min<sup>-1</sup>
- ✓ Débit au piège: 10 ml·min<sup>-1</sup>
- ✓ Split à la colonne: 30 ml·min<sup>-1</sup>



concentrations beaucoup plus élevées que celles habituelles pourraient vous obliger à changer les valeurs de split afin de ne pas baisser la sensibilité analytique ou, au contraire, de ne pas perdre en linéarité dans la réponse instrumentale.

### Analyse instrumentale

Les conditions d'analyse de BTEX et de COV sont les mêmes, sauf que la durée d'éluion et la température finale.

On vous suggère les conditions suivantes:

#### Colonne

J&W PONA, 50 m longueur, d.i. 0,2 mm, couche 0,5  $\mu\text{m}$ ; la colonne est directement connectée à la valve six voies du Turbomatrix

#### Températures

- ✓ four GC: 40 °C pendant 3 minutes, 8 °C·min<sup>-1</sup> jusqu'à 80 °C, isotherme 1 minute, 20 °C·min<sup>-1</sup> jusqu'à 250 °C pour BTEX et jusqu'à 280 °C pour VOC, isotherme 1,5 minutes pour BTEX et 3 minutes pour VOC
- ✓ connexion au GC-MS: 270 °C

#### Débits

- ✓ gaz d'éluion: helium à 0,8 ml·min<sup>-1</sup>

Deux exemples de chromatogrammes en courant ionique totale sont montrés en page E6; ils ont été obtenus par un échantillon exposé en air urbain et un à l'intérieur. Dans le premier cas, le pic du benzène provient d'une concentration en air de 2,2  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ ; en ce qui concerne l'échantillon exposé à l'intérieur, la concentration du 1,2-dichlorobenzène était de 14  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ . Malgré des valeurs de concentration si faibles, le rapport signal/bruit est si élevé que les spectres de masse sont bien propres dans tous les deux cas.

### Etalonnage

On trace la courbe d'étalonnage en injectant dans une cartouche vierge sous courant d'azote une solution en méthanol des composés à analyser. On peut faire comme suite. Connectez, à la sortie de l'injecteur d'un gaz chromatographe, un morceau (environ 10 cm) d'une colonne capillaire wide-bore (0,53 mm diamètre intérieur) sans couche, dont l'autre bout est connecté à un raccord-réduction Swagelock 1/16"-1/4". En place de la douille 1/4" inox, employez-en une des celles PTFE de fermeture des tubes du Turbomatrix.

Introduisez une cartouche vierge dans un tube du Turbomatrix et connectez ce tube au raccord-réduction Swagelock. Refroidi le four et échauffé à 200 °C l'injecteur, injectez 1  $\mu\text{l}$  de la solution en méthanol sous une courant d'azote d'environ 50 ml·min<sup>-1</sup> et laissez le gaz s'écouler pendant deux minutes.

La cartouche est prête à l'analyse comme les autres.

On vous suggère de disposer d'un groupe de solutions étalons diluées en progression, par exemple contenant, de chaque composé: 8, 4, 2, 1, 0,04, 0,02 et 0,01  $\mu\text{g}\cdot\mu\text{l}^{-1}$ .

### Récupération des cartouches

En principe, la désorption thermique de l'analyse devrait suffire à vous rendre une cartouche prête à un nouvel

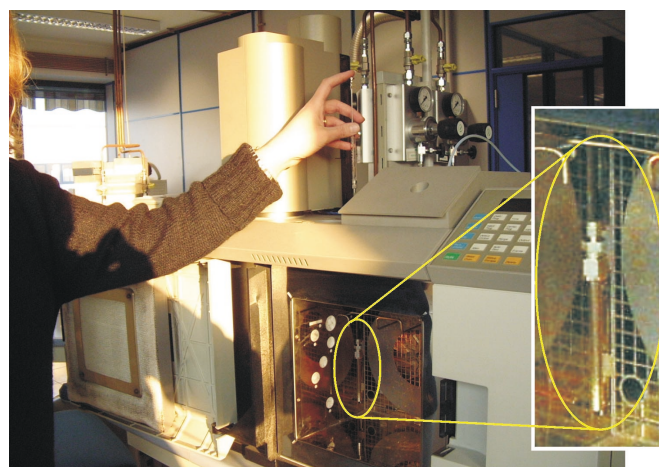
### suggestion

Si vous avez plusieurs d'analyses à faire, un lecteur de code barres vous permettra de gagner beaucoup de temps et réduira la probabilité de commettre des erreurs lors de la transcription à la main du code de l'étiquette.

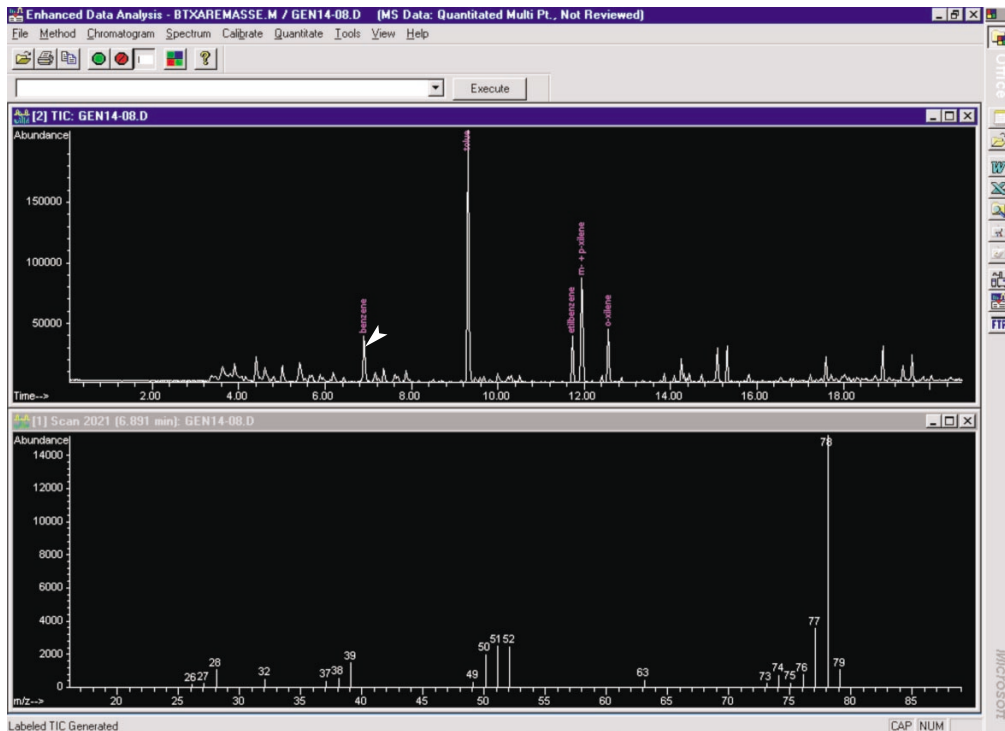
N'hésitez pas à nous demander de l'aide à ce sujet.

### suggestion

n'oubliez pas que vous pouvez réaliser des droites d'étalonnage très soignées par les cartouches chargées code 407.



Afin de produire les étalons il suffira de connecter à l'injecteur d'un gaz chromatographe 10 cm de colonne capillaire wide-bore sans couche, dont l'autre bout sera connecté à un raccord-réduction Swagelock 1/16"-1/4".



Chromatogrammes TIC d'un échantillon d'air urbain (à gauche) et intérieur (en bas). On peut y voir les spectres du benzène et du 1,4-dichlorobenzène, dont les concentrations étaient, respectivement, 2,2 et  $14 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ .

Bien que les concentrations soient très faibles, le rapport signal/bruit est si élevé que les spectres de masse produits sont bien propres et comparables sans aucune élaboration avec ceux-là de bibliothèque.

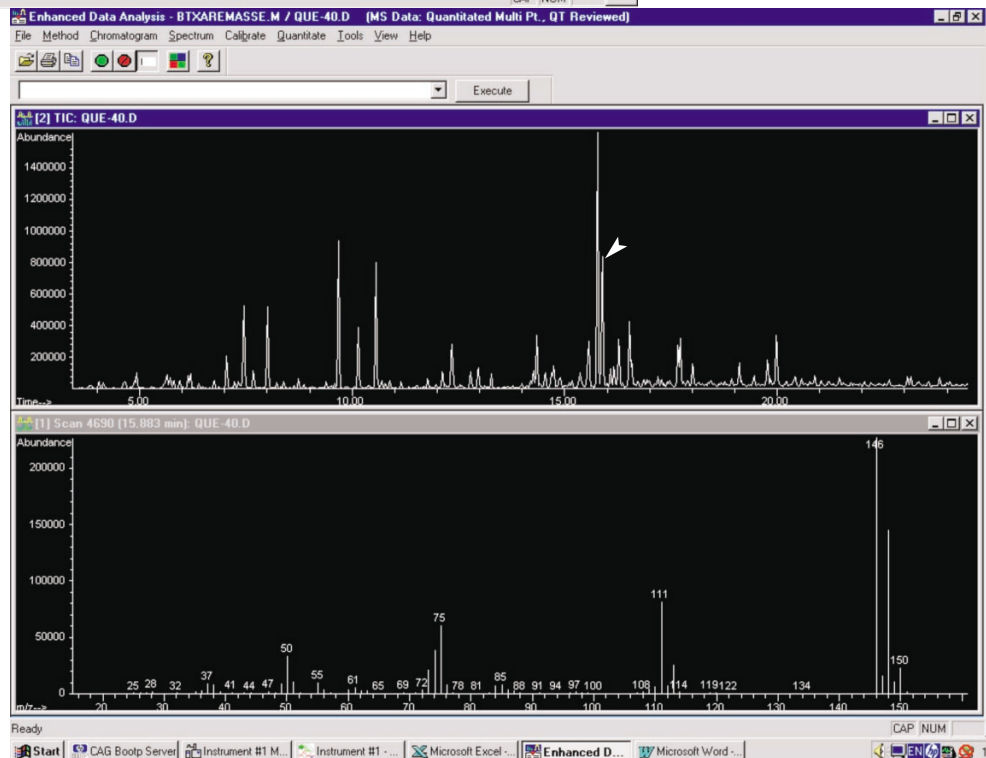
emploi dans le terrain. En pratique ce n'est pas comme ça, parce que la désorption thermique des hydrocarbures à plus de six atomes de carbone n'est jamais quantitative.

Donc, on vous suggère une déuration supplémentaire à  $350^\circ\text{C}$  sous courant d'azote pendant six-huit heures.

Le charbon graphité est un matériel fragile qui a tendance à se pulvériser. Bien que la maille du filet de la cartouche ne soit que de quelques micromètres, une partie de la poussière vient d'être quand même perdue et la cartouche tend à se vider.

Quand la masse du charbon devient réduite du 20%, on doit rejeter la cartouche.

D'après nos résultats, cela n'arrive jamais avant de 20 cycles piégeage-analyse.





# Dioxides d'azote et de soufre (NO<sub>2</sub> et SO<sub>2</sub>)

## Composants de *radiello* à employer

Corps diffusif bleu code 120-1

Plaquette de support code 121

Adaptateur vertical code 122 (à option)

Cartouche chimiadsorbante code 166

## Principe

La cartouche code 166 est en polyéthylène microporeux imbibé de triéthanolamine (TEA) humide. Dioxyde d'azote (NO<sub>2</sub>) et dioxyde de soufre (SO<sub>2</sub>) sont chimiadsorbés par la TEA sous forme de ions, respectivement, nitrite, sulfite et sulfate. Pas de ion nitrate vient d'être formé lors du piégeage. Le ion nitrite peut être mesuré soit par la spectrométrie visible soit par la chromatographie ionique alors que les ions sulfite et sulfate ne sont mesurés que par la chromatographie ionique. Cette dernière vous permet de mesurer tous les ions dans le même temps.

Le piégeage est sélectif pour les formes gazeuses: nitrites, sulfites et sulfates dispersés en air dans le même temps ne passent pas travers la paroi diffusive de *radiello*.

## Débits de piégeage

### NO<sub>2</sub>

Le débit de piégeage  $Q_{298}$  à 298 K (25°C) et 1013 hPa est **0,141±0,007 ng·ppb<sup>-1</sup>·min<sup>-1</sup>**.

### SO<sub>2</sub>

Le débit de piégeage  $Q_{298}$  à 298 K (25°C) et 1013 hPa est **0,466±0,022 ng de ion sulfate pour chaque ppb·min de SO<sub>2</sub>**.

## Effet de la température, de l'humidité et de la vitesse de l'air

Le changement du débit de piégeage pour **NO<sub>2</sub>** avec la température en Kelvin (K) par rapport à la valeur mesurée à 298 K est donné par :

$$Q_K = Q_{298} \cdot \left( \frac{K}{298} \right)^{7,0}$$

où  $Q_K$  est la valeur du débit à la température K alors que  $Q_{298}$  est celle-là à la température de référence de 298 K.

Le débit de piégeage du **SO<sub>2</sub>** ne change pas avec la température dans l'intervalle 263-313 K (de -10 à 40 °C).

Pour tous les deux gaz, le débit de piégeage ne change pas avec l'humidité dans l'intervalle 15-90% et avec la vitesse de l'air dans l'intervalle 0,1 et 10 m·s<sup>-1</sup>.

## Calculs

### NO<sub>2</sub>

La concentration  $C_{NO_2}$  en ppb est calculée par:

$$C_{NO_2} = \frac{m_{NO_2}}{Q_K \cdot t}$$

où  $m_{NO_2}$  est la masse de nitrite en **ng** réperée dans la cartouche, **t** est le temps d'exposition en **minutes** et  $Q_K$  est la valeur du débit d'échantillonnage à K Kelvin.

### SO<sub>2</sub>

Transformez en sulfate la masse d'ion sulfite trouvée dans la cartouche en la multipliant par le facteur 1,225. Après avoir sommé cette valeur à la masse d'ion sulfate trouvée dans la cartouche, vous pouvez calculer la concentration du SO<sub>2</sub> par l'expression suivante

$$C_{SO_2} = \frac{m_{SO_4}}{0,466 \cdot t}$$

où  $m_{SO_4}$  est la masse totale de sulfate en **ng** réperée dans la cartouche (sulfate original plus le sulfite transformé en sulfate) et **t** est le temps d'exposition en **minutes**.

## SUGGESTION

On vous suggère de mesurer la température d'échantillonnage par le thermomètre **code 126**.



## Exposition

Ce sont permises expositions jusqu'à 15 jours mais on déconseille de dépasser les 7 jours si l'humidité moyenne de l'air est supérieure au 70% durant toute la durée de l'échantillonnage. Bien que l'eau n'interfère ni avec l'échantillonnage, ni avec l'analyse, l'hygroscopicité de la TEA pourrait surcharger la cartouche en conduisant à la perte de l'adsorbante par percolation.

**Attention:** les résultats de  $\text{NO}_2$  peuvent différer de ceux-là mesurés par l'instrumentation automatique à chimiluminescence à cause de la variation exponentielle du débit d'échantillonnage de **radiello** avec la température. Ce phénomène est caractéristique de tous les échantillonneurs de  $\text{NO}_2$  qui utilisent la TEA comme adsorbante. A présent, on ne connaît pas la raison de ce phénomène, mais on suppose que cela tient, en partie, à l'équilibre en l'air entre les espèces  $\text{NO}_2$  et  $\text{N}_2\text{O}_4$ , dont le rapport est strictement lié à la température: la TEA capte seulement le  $\text{NO}_2$ .

## Limite de détection et incertitude

L'échantillonnage de  $\text{NO}_2$  et  $\text{SO}_2$  est linéaire entre 10.000 et 5.000.000 ppb·min. La limite de détection par suite d'expositions de 7 jours est de 1 ppb pour les deux gaz. L'incertitude à  $2\sigma$  est 11,9% pour  $\text{NO}_2$  et 9,2% pour  $\text{SO}_2$ .

## Durée et conservation

Les cartouches sont stables au moins 12 mois avant et 4 mois après l'exposition, si gardées à 4 °C et à l'abri de la lumière. N'employez pas toutes les cartouches du même lot (numéro de lot et date d'échéance sont imprimés sur l'enveloppe plastique): gardez-en deux-trois à blanc.

## Analyse

Versez **5 ml** d'eau dans l'éprouvette, agitez à l'aide d'un VORTEX pour deux minutes. Faites le même avec deux-trois cartouches non exposées du même lot.

### Détermination colorimétrique du ion nitrite

Le dioxyde d'azote est tout à fait transformé en ion nitrite. Préparez les suivants reactifs:

- ✓ *sulfanylamyde*: dissolvez 10 g de sulfanylamyde en 100 ml de HCl concentré et diluez-la à 1000 ml avec eau
  - ✓ *NEDA*: dissolvez 250 mg de N-(1-naftyl)ethylendiammine dichlorhydrate en 250 ml d'eau (rejetez-la si sombre).
- Prélevez 0,5 ml ou autre volume (voir le tableau ci-dessous) de la solution d'extraction de la cartouche et introduisez-les dans un'éprouvette de 10 ml en plastique ou en verre avec bouchon en y versant 5 ml de reactif *sulfanylamyde*. Bouchez, secouez et attendez pour 5 minutes. Introduisez 1 ml de reactif *NEDA*, agitez et attendez à nouveau 10 minutes. Faites le même avec les cartouches non exposées.

Mesurez l'absorbance des échantillons par comparaison à l'eau à 537 nm et soustrahissez la valeur moyenne de blanc.

Préparez, de la même façon, les standards pour la droite d'échantillonnage, en utilisant des solutions de nitrite de sodium à concentrations comprises entre 0,1 et 15  $\text{mg}\cdot\text{l}^{-1}$  comme  $\text{NO}_2^-$ .

Quand la concentration du ion nitrite dans la solution de l'échantillon dépasse 15  $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$  (équivalents à un'exposition moyenne de 70 ppb pour 7 jours), l'absorbance va au delà de la pleine échelle: analysez les échantillons en prélevant les volumes indiqués dans le tableau ci-dessus.

conc. moyenne attendue pour 7 jours en ppb	volume de l'échantillon ml	volume de $\text{H}_2\text{O}$ d' integration ml
jusqu'à 70	0,5	0
de 70 à 150	0,25	0,25
plus que 150	0,1	0,4

### Determination des ions sulfite et sulfate

Bien que la  $\text{SO}_2$  soit transformée à sulfite et sulfate en rapport constant, la somme des deux ions équivalents est linéaire avec l'exposition à  $\text{SO}_2$ . Pour la droite d'étalonnage, préparez solutions qui contiennent les ions sulfite et sulfate ensemble, tous les deux à concentrations comprises entre 5 et 50  $\text{mg}\cdot\text{l}^{-1}$ . Analysez ces solutions-là et celles provenant de **radiello** en chromatographie ionique selon votre expérience.



# Ozone (O<sub>3</sub>)

## Composants de radiello à employer

Corps diffusif bleu code 120-1

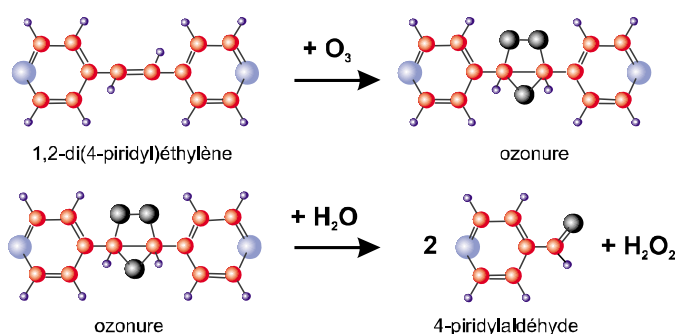
Plaque de support code 121

Adaptateur vertical code 122 (à option)

Cartouche chimiabsorbante code 172

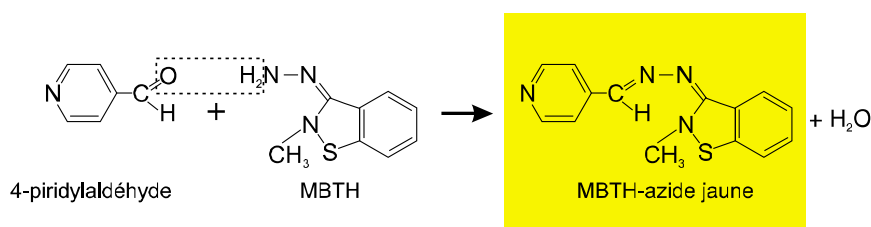
## Principe

Le matériel absorbant est du gel de silice revêtu de 4,4'-dipiridyléthylène contenu dans un tube en polyéthylène microporeux, enfermé d'un bout par un bouchon PTFE. Pendant l'exposition, l'ozonolyse en milieu acide du 4,4'-dipiridyléthylène produit du 4-piridylaldéhyde.



La présence constante d'eau, qui est nécessaire à la réaction, vient d'être assurée par le gel de silice.

Après l'exposition, le 4-piridylaldéhyde réagit avec le 3-méthyl-4-benzothiazolinone hydrazone (MTBH) en produisant la correspondante azide, colorée en jaune, dont l'absorbance est mesurée par le spectrophotomètre à 430 nm.



La production du 4-piridylaldéhyde est spécifique de l'ozone: n'interfèrent ni les oxydes d'azote ni les composés organiques, y inclus les aldéhydes.

## Débit de piégeage

La valeur du débit de piégeage est de 24,6 ml·min<sup>-1</sup> et est linéaire dans l'étendue d'expositions 10.000-4.000.000 µg·m<sup>-3</sup>·min. Les changements d'humidité dans l'intervalle 10-90% et de vitesse de l'air dans l'intervalle 0,1-10 m·s<sup>-1</sup> n'affectent pas le piégeage.

## Calculs

On calcule la concentration **C** en µg·m<sup>-3</sup> par

$$C [\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}] = \frac{m - m_b [\mu\text{g}]}{24,6 t [\text{min}]} 1.000.000$$

où:

**m** est la masse piégée de O<sub>3</sub> en µg

**m<sub>b</sub>** est la masse moyenne d'ozone en µg réperée dans les blancs (v. Analyse)

**t** est le temps d'exposition en minutes.



## Exposition

Introduisez la cartouche dans le corps diffusifs **de manière que le bouchon en PTFE soit du côté de la vis.**

Pour des expositions à l'extérieur, où les concentrations d'ozone s'étendent d'habitude entre 2 et 400  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ , on vous suggère des durées comprises entre 24 heures et 14 jours. La durée optimale est entre 3 et 7 jours.

Dans les lieux de travail on vous suggère une durée d'exposition aussi longue que le service de 8 heures.

## Limite de détection et incertitude

La limite de détection par suite d'une exposition de 7 jours est 2  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ . Après 7 jours d'exposition à une concentration moyenne de 400  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  (bien rare), la cartouche vient d'être saturée. L'incertitude étendue à  $2\sigma$  est 14,5% dans tout l'intervalle de linéarité du débit.

## Durée et conservation

Il faut abriter les cartouches de la lumière directe: il suffit de les garder à température ambiante dans un armoire ou en tîret. Dans ces conditions, la valeur de blanc ne monte pas au-dessus de 15 milliunités d'absorbance pendant six mois.

En général, la hausse de la valeur de blanc n'affecte pas le bon fonctionnement de la cartouche en se limitant à en élever la limite de détection.

Les cartouches exposées doivent être analysées dans sept jours avec trois non exposées du même lot, qui marchent à blanc. Numéro de lot et date d'échéance sont imprimés sur l'enveloppe plastique qui marche à scellés.

## Analyse

### Ce qu'il vous faut

- ✓ 3-méthyl-2-benzothiazolinone hydrazone chlorure (MBTH, par exemple, Aldrich code 12,973-9): dissolvez-en 5 g dans 1 l d'eau et y ajoutez 5 ml d'acide sulfurique concentré; gardé à l'abri de la lumière, la solution est stable pendant un mois
- ✓ 4-piridylaldéhyde (par exemple, Aldrich code P6,240-2)
- ✓ filtre microporeux 0,45  $\mu\text{m}$

### suggestion

employez le kit **code 174** pour une filtration bien rapide.

### Procedé

Ôtez la cartouche de son tube plastique, enlevez son bouchon PTFE et versez-en le contenu dans le même tube plastique. Introduisez dans le tube 5 ml de solution de MTBH, enfermez le tube et secouez.

**Attendez une heure** en agitant de temps en temps. Filtrez le mélange dans un second tube et lisez l'absorbance de la solution filtrée à 430 nm par comparaison avec de l'eau. La solution gardée dans le tube bien enfermé, sa couleur est stable pendant plusieurs jours.

Faites le même avec deux-trois cartouches non exposées du même lot et soustrahissez leur valeur moyenne de blanc.

### IMPORTANT

Si la valeur d'absorbance va au delà de la pleine échelle, diluez l'échantillon avec de la solution de MTBH. **N'employez jamais de l'eau:** la valeur du pH change et avec elle la linéarité de l'absorbance.

N'oubliez pas de diluer par le même rapport les blancs aussi.

## Etalonnage

Dissolvez 100  $\mu\text{l}$  (112,2 mg à 20 °C) de 4-piridylaldéhyde dans 1 l d'eau et diluez cette solution avec de l'eau dans les rapports, par exemple, 1/1, 1/5, 1/10. Versez 0,5 ml de chaque solution dans un tube avec 4,5 ml de solution de MTBH. Agitez et attendez une heure. Lisez l'absorbance à 430 nm.

Tracez la droite d'étalonnage  $\mu\text{g}$  de  $\text{O}_3$  contre absorbance, en compte tenant de l'équivalence 1  $\mu\text{g}$  de 4-piridylaldéhyde=0,224  $\mu\text{g}$  de  $\text{O}_3$ .



## Sulfure d'hydrogène (H<sub>2</sub>S)

### Composants de radiello à employer

Corps diffusif blanc code 120 ou bleu code 120-1

Plaque de support code 121

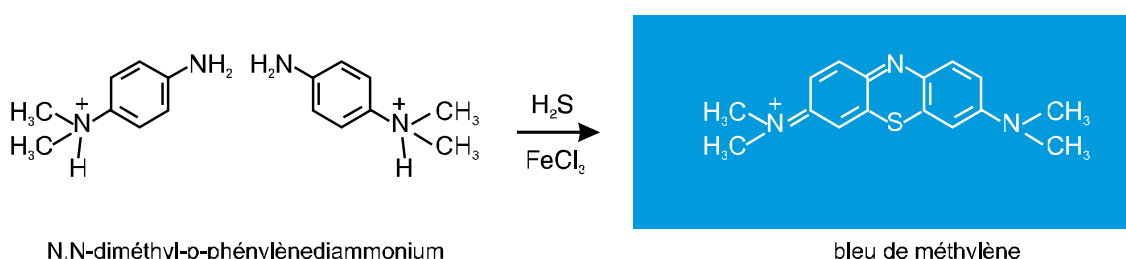
Adaptateur vertical code 122 (à option)

Cartouche chimiabsorbante code 170

### Principe

La cartouche code 170 est en polypropylène microporeux imprégné d'acétate de zinc. Le sulfure d'hydrogène est chimiabsorbé sous forme de sulfure de zinc stable.

Le sulfure est récupéré avec de l'eau; en présence d'un oxydant, tel que le chlorure ferrique, et dans un milieu très acide, il réagit avec l'ion N,N-diméthyl-p-phénylènediammonium en produisant du bleu de méthylène.



La concentration du bleu de méthylène est mesurée par la spectrophotométrie visible.

### Débit de piégeage

Le débit de piégeage  $Q_{298}$  à 298 K (25°C) et 1013 hPa est **0,096±0,005 ng·ppb<sup>-1</sup>·min<sup>-1</sup>**.

### Effet de la température, de l'humidité et de la vitesse de l'air

Le changement du débit de piégeage avec la température en Kelvin (K) par rapport à la valeur mesurée à 298 K est donné par

$$Q_K = 0,096 \left( \frac{K}{298} \right)^{3,8}$$

où  $Q_K$  est la valeur du débit à la température K alors que  $Q_{298}$  est celle-là à la température de référence de 298 K dans l'intervalle 268-313 K (de -5 jusqu'à 40 °C).

Le débit de piégeage ne change pas avec l'humidité dans l'intervalle 15-90% et avec la vitesse de l'air dans l'intervalle 0,1 et 10 m·s<sup>-1</sup>.

### Calculs

$Q_k$  déduite par l'équation ci-dessus, la concentration  $C$  de H<sub>2</sub>S en ppb va être calculée par

$$C = \frac{m - m_b}{Q_k \cdot t} \cdot 1000$$

où

$m$  est la masse d'ion sulfure en  $\mu\text{g}$  trouvée dans la cartouche exposé

$m_b$  est la masse moyenne d'ion sulfure en  $\mu\text{g}$  trouvée dans les blancs (v. Analyse)

$t$  est le temps d'exposition en **minutes**.



## Exposition

Des expositions entre 1 heure et 15 jours sont admises. Le piégeage est linéaire dans l'étendue 2.000-50.000.000 ppb·min de H<sub>2</sub>S.

## Limite de détection et incertitude

La limite de détection est de 30, 1 et 0,1 ppb par suite d'exposition, respectivement, d'une heure, 24 heures et 7 jours. L'incertitude à 2σ est 8,7% dans tout l'intervalle d'expositions admis.

## Durée et conservation

Les cartouches sont stables au moins 12 mois avant et six mois après l'exposition. N'employez pas toutes les cartouches du même lot (numéro de lot et date d'échéance sont imprimés sur l'enveloppe plastique de toute cartouche qui marche à scellés): gardez-en deux-trois à blanc.

## Analyse

### Réactifs

- ✓ *acide sulfurique*: ajoutez avec précaution 25 ml d'acide sulfurique concentré à 10 ml d'eau et attendez que la solution soit froide.
- ✓ *amine*: dissolvez 6,75 g de N,N-diméthyl-p-phénylènediammonium oxalate dans toute la solution d'*acide sulfurique* et diluez-la à 1 litre avec de l'acide sulfurique-eau 1:1 v/v. Conservée dans une bouteille verre-fumé bien enfermée, la solution est stable au moins quatre semaines.
- ✓ *chlorure ferrique*: dissolvez 100 g de chlorure ferrique hexahydrate (FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O) dans 40 ml d'eau.
- ✓ *chlorure ferrique-amine*: mélangez 10 ml de *chlorure ferrique* avec 50 ml d'*amine*; il faut préparer ce mélange frais au besoin.
- ✓ *acide sulfurique-à-diluer*: dissolvez avec précaution 40 ml d'acide sulfurique concentré dans 900 ml d'eau; laissez refroidir et portez à 1.000 ml.

### Procedé

Versez 100 ml d'eau dans le tube plastique de la cartouche et agitez à l'aide d'un Vortex pendant 2-3 minutes.

Introduisez-y 0,5 ml de *chlorure ferrique-amine*, enfermez **tout de suite** et secouez. Il faut enfermer tout de suite de manière à éviter que le sulfure d'hydrogène gazeux développé échappe du tube bien avant de réagir.

Attendez 30 minutes avant de mesurer l'absorbance à 665 nm par comparaison avec de l'eau. La couleur est stable plusieurs semaines.

Faites le même avec deux-trois cartouches non exposées du même lot et soustrahissez leur valeur moyenne de blanc.

### IMPORTANT

L'absorbance n'est linéaire que jusqu'à 1.200 milliunités qui sont équivalentes à une exposition à peu près de 80.000 ppb·min. Au delà de cette valeur de pleine-échelle, il faut diluer l'échantillon par de l'*acide sulfurique-à-diluer*. **N'EMPLOYEZ PAS DE L'EAU, le pH étant critique.**

N'oubliez pas de diluer par le même rapport les blancs aussi.

## Etalonnage

Vous pouvez tracer la droite d'étalonnage par de solutions étalon de sulfure de sodium, titrées tout de suite avant leur emploi. Ces solutions étant bien instables (une heure après la préparation, leur concentration se baisse du 10%), il vous convient d'employer la solution d'étalonnage code 171, en suivant les instructions qui sont livrées avec.

### suggestion

Le code 171 vous soulage de la tâche de préparer et titrer les solutions étalon de Na<sub>2</sub>S qui sont nécessaires à tracer la droite d'étalonnage.



## Ammoniac (NH<sub>3</sub>)

### Composants de *radiello* à employer

Corps diffusif blanc code 120 ou bleu code 120-1

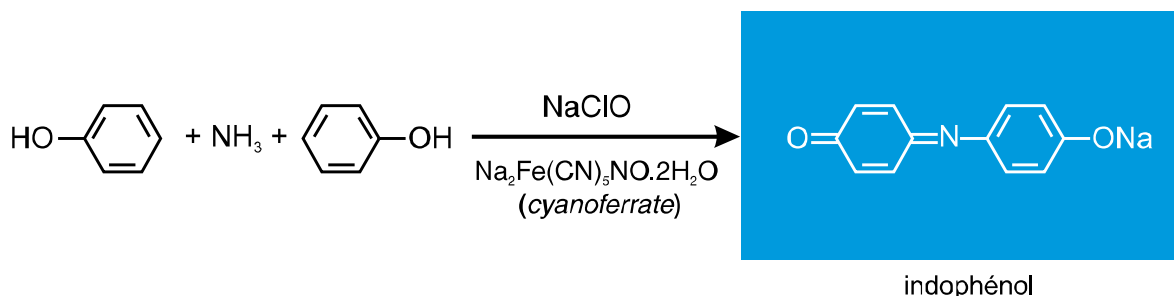
Plaque de support code 121

Adaptateur vertical code 122 (à option)

Cartouche chimiabsorbante code 168

### Principe

La cartouche code 168 est un tube polyéthylène microporeux imprégné d'acide phosphorique. L'ammoniac est piégé sous forme d'ion ammonium. En milieu alcalin ce dernier réagit avec phénol et hypochlorite de sodium sous l'effet catalytique du pentacyanonitrosylferrate (cyanoferrate), en produisant de l'indophénol, qui est fort coloré en bleu. On en lit l'absorbance à 635 nm.



Les sels d'ammonium dispersés en l'air ne traversent pas le corps diffusif et ne sont donc pas piégés.

### Débit de piégeage

Le débit de piégeage  $Q_{298}$  à 298 K (25°C) et 1013 hPa est **235 ml·min<sup>-1</sup>**.

### Effet de la température, de l'humidité et de la vitesse de l'air

L'effet de la température est négligeable (<0,1%/°C) dans l'intervalle 275-312 K (2-39 °C).

Les changements d'humidité dans l'intervalle 10-90% et de vitesse de l'air dans l'intervalle 0,1-10 m·s<sup>-1</sup> n'affectent pas le piégeage.

### Calculs

On calcule la concentration **C** en µg·m<sup>-3</sup> par

$$C = 0,944 \frac{m}{235 \cdot t} \cdot 1.000.000$$

où **m** est la masse de ion ammonium en µg trouvée dans la cartouche et **t** est le temps d'exposition en **minutes**. 0,944 est le facteur nécessaire à convertir NH<sub>4</sub><sup>+</sup> en NH<sub>3</sub> (v. Analyse)

### Exposition

Introduisez la cartouche dans le corps diffusif de manière que le **bouchon en teflon se trouve du côté de la vis**.

Le piégeage est linéaire dans l'étendue 2.000-20.000.000 ppb·min. Des expositions entre 1 heure et 14 jours sont admises.

#### IMPORTANT

**NE TOUCHEZ PAS AVEC LES DOIGTS la partie microporeuse de la cartouche: la sueur contient ion ammonium.**



## Limite de détection et incertitude

La limite de détection est de  $1 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  par suite d'exposition de 24 heures. L'incertitude à  $2\sigma$  est 6,5% dans tout l'intervalle d'expositions admis.

## Durée et conservation

Gardées à température ambiante et dans un endroit non contaminé par ammoniac, les cartouches sont stables au moins 12 mois avant et après l'exposition

N'employez pas toutes les cartouches du même lot (numéro de lot et date d'échéance sont imprimés sur l'enveloppe plastique de toute cartouche qui marche à scellés): gardez-en deux-trois à blanc.

## Analyse

### Ce qu'il vous faut

- ✓ éprouvette en plastique ou en verre de 12 ml avec bouchon
- ✓ micropipette à volume variable entre 0,1 et 1 ml
- ✓ pipette de 5 ml

### Reactifs

- ✓ *tampon* (pH 10,6): dissolvez 1,1 g de NaOH et 3,04 g de  $\text{NaHCO}_3$  dans un litre d'eau
- ✓ *phénol*: dissolvez 10 g de phénol dans 100 ml d'éthanol
- ✓ *cyanoferrate*: dissolvez 0,5 g de sodium pentacyanonitrosylferrate dihydrate ( $\text{Na}_2\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans 100 ml d'eau et ajoutez deux-trois gouttes de NaOH au 10%. Gardez le mélange dans une bouteille sombre et préparez-le frais au besoin.
- ✓ *oxidante*: hypochlorite de sodium au 1% de chloro actif en NaOH 0,2 M. Gardez-le au froid et dans une bouteille sombre.

### Détermination du ion ammonium

Ouvrez l'éprouvette de *radiello* et ôtez, avec cautèle, le bouchon en PTFE de la cartouche (le bouchon pourrait être contaminé pendant la manipulation). Aidez-vous avec une pince.

Introduisez dans l'éprouvette 10 ml d'eau désionisée, dans laquelle vous vous êtes sur qu'il n'y a pas de ion ammonium. Bouchez l'éprouvette et agitez à l'aide d'un Vortex pendant 15 seconds au minimum.

Prélevez 1 ml de la solution et introduisez-le dans une seconde éprouvette avec 0,4 ml de *phénol*, 0,4 ml de *cyanoferrate*, 5 ml de *tampon* et 1 ml d'*oxidante*.

Attendez une heure et lisez l'absorbance par comparaison de l'eau à 635 nm.

Faites le même avec deux-trois cartouches non exposées du même lot et soustrahissez leur valeur moyenne de blanc.

Normalement, la valeur de blanc n'est pas supérieure à 40 milliunités d'absorbance.

L'absorbance n'est linéaire que jusqu'à  $500.000 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{min}$ . Au delà de cette valeur de pleine-échelle, **il faut diluer la solution colorée par le tampon.**

Tracez la droite de piégeage avec solutions de chlorure d'ammonium en concentration de  $0,5\text{-}10 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$  comme ion ammonium.

### IMPORTANT

**N'EMPLOYEZ PAS DE L'EAU:**  
le pH est critique pour la détermination  
de l'intensité de la coloration.



# Acide chloridrique (HCl)

## Composants de *radiello* à employer

Corps diffusif blanc code 120 ou bleu code 120-1

Plaque de support code 121

Adaptateur vertical code 122 (à option)

Cartouche absorbante code 169

## Principe

La cartouche code 169 est un tube en filet acier inoxydable rempli avec gel de silice 0,1-0,4 mm. L'acide chloridrique gazeux est absorbé par le gel de silice, récupéré avec de l'eau et mesuré par la chromatographie ionique comme ion chlorure.

Le piégeage est sélectif pour l'acide chloridrique: ses sels, éventuellement dispersés en l'air, sont empêchés à traverser la paroi diffusive de *radiello*.

## Débit de piégeage

Le débit de piégeage à 25 °C et 1013 hPa est de **103 cm<sup>3</sup>·min<sup>-1</sup>**.

## Effet de la température, de l'humidité et de la vitesse de l'air

Le changement du débit de piégeage avec la température en Kelvin (K) par rapport à la valeur mesurée à 298 K est donné par

$$Q_K = 103 \left( \frac{K}{298} \right)^{1,5}$$

où  $Q_K$  est la valeur du débit à la température  $K$  alors que **103** est celle-là à la température de référence de 298 K. Cela signifie que le débit change du  $\pm 5\%$  pour tous 10 °C en plus ou en moins de 25 °C.

Le débit de piégeage ne change pas avec l'humidité dans l'intervalle 15-90% pour brèves expositions (v. Exposition) et avec la vitesse de l'air dans l'intervalle 0,1 et 10 m·s<sup>-1</sup>.

## Calculs

Si  $m$  est la masse en  $\mu\text{g}$  de ion chlorure trouvée dans la cartouche et  $t$  est le temps d'exposition en minutes, la concentration environnementale  $C$  de HCl en  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  est:

$$C = \frac{1,028 m}{Q_K t} 1.000.000$$

où  $Q_K$  est la valeur du débit de piégeage à la température  $K$  (en Kelvin) et 1,028 est le rapport entre les masses moléculaires HCl/Cl<sup>-</sup> (v. Analyse).

## Exposition

Le piégeage de l'acide chloridrique est linéaire dans l'étendue 20.000-20.000.000  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{min}$ .

## Lieux de travail

Dans les lieux de travail on suggère expositions de *radiello* entre 15 minutes et 8 heures: c'est possible de mesurer la valeur de *ceiling*.



### Environnement extérieur

On suggère expositions entre 2 heures et 2 jours. Expositions plus longues jusqu'à 7 jours sont admises si l'humidité moyenne ne dépasse pas le 50%, compte tenu de la capacité du gel de silice d'adsorber l'eau.

On conseille de protéger **radiello** de la pluie en utilisant l'abri **code 196**.

---

---

### Limite de détection et incertitude

La limite de détection est de  $10 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  par suite d'exposition de 24 heures. L'incertitude à  $2\sigma$  est 3,5% dans tout l'intervalle d'expositions admis.

---

---

### Interférents

Le chlore gazeux est piégé par le gel de silice et fournit une réponse à peu près de 0,02 ng de ion chlorure tout  $1 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{min}$  de chlore.

---

---

### Durée et conservation

Gardées dans un endroit non contaminé par l'acide chlorhydrique, les cartouches sont stables au moins 24 mois avant et après l'exposition.

N'employez pas toutes les cartouches du même lot (numéro de lot et date d'échéance sont imprimés sur l'enveloppe plastique de toute cartouche qui marche à scellés): gardez-en deux-trois à blanc.

Après 6 mois de la réception des cartouches on conseille d'en analyser quelqu'une avant de les employer pour en vérifier la contamination de fond. Jetez-les si le contenu de ion chlorure est supérieur à  $5 \mu\text{g}$ .

---

---

### Analyse

Introduisez 2 ml d'eau sans chlorures dans l'éprouvette contenant la cartouche et secouez vigoureusement pour 1-2 minutes. Analysez la solution en chromatographie ionique. Soustrahissez la valeur de blanc de l'eau et d'une cartouche non exposée.

Tracez la droite de piégeage avec solutions de chlorure de sodium et potassium en concentration de  $0,5\text{-}25 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$  comme ion chlorure.



# Acide fluoridrique (HF)

## Composants de *radiello* à employer

Corps diffusif blanc code 120 ou bleu code 120-1

Plaque de support code 121

Adaptateur vertical code 122 (à option)

Cartouche absorbante code 166

## Principe

La cartouche code 166 est en polyéthylène microporeux imbibé de triéthanolamine (TEA) humide. L'acide fluoridrique est chimia absorbé par la TEA, récupéré avec de l'eau et mesuré par la chromatographie ionique ou avec électrode spécifique comme ion fluorure.

Le piégeage est sélectif pour l'acide fluoridrique: ses sels, éventuellement dispersés en l'air, sont empêchés à traverser la paroi diffusive de *radiello*.

## Débit de piégeage

Le débit de piégeage à 25 °C et 1013 hPa est de **187 cm<sup>3</sup>·min<sup>-1</sup>**.

## Effet de la température, de l'humidité et de la vitesse de l'air

Les changements d'humidité dans l'intervalle 10-90% et de vitesse de l'air dans l'intervalle 0,1-10 m·s<sup>-1</sup> n'affectent pas le piégeage.

L'effet de la température est en cours d'étude.

## Calculs

Si *m* est la masse en µg de ion fluorure trouvée dans la cartouche et *t* est le temps d'exposition en minutes, la concentration environnementale *C* de HF en µg·m<sup>-3</sup> est:

$$C = \frac{1,053 m}{187 t} 1.000.000$$

où *Q<sub>K</sub>* est la valeur du débit de piégeage à la température K (en Kelvin) et 1,028 est le rapport entre les masses moléculaires HF/F<sup>-</sup> (v. Analyse).

## Exposition

Le piégeage de l'acide fluoridrique est linéaire dans l'étendue 10.000-50.000.000 µg·m<sup>-3</sup>·min.

## Lieux de travail

Dans les lieux de travail on suggère expositions de *radiello* entre 15 minutes et 8 heures: c'est possible de mesurer la valeur de *ceiling*.

## Environnement extérieur

On suggère expositions entre 2 heures et 14 jours.

On conseille de protéger *radiello* de la pluie en utilisant l'abri **code 196**.

## Limite de détection et incertitude

La limite de détection est de 7 µg·m<sup>-3</sup> par suite d'exposition de 24 heures. L'incertitude à 2σ est 4,5% dans tout l'in-



tervalle d'expositions admis.

## Durée et conservation

Gardées à l'abri de la lumière et à 4 °C, les cartouches sont stables au moins 12 mois avant et 4 mois après l'exposition.

N'employez pas toutes les cartouches du même lot (numéro de lot et date d'échéance sont imprimés sur l'enveloppe plastique de toute cartouche qui marche à scellés): gardez-en deux-trois à blanc.

Après 6 mois de la réception des cartouches on conseille d'en analyser quelqu'une avant de les employer pour en vérifier la contamination de fond. Jetez-les si le contenu de ion fluorure est supérieur à 2 µg.

## Analyse

### Chromatographie ionique

Introduisez dans l'éprouvette de **radiello** 5 ml de la même solution éluente utilisée pour la chromatographie. Agitez vigoureusement à l'aide d'un Vortex pendant 1-2 minutes. Attendez pour 10 minutes, secouez à la main et injectez dans le chromatographe ionique sans rien d'autre à faire.

Faites le même avec deux-trois cartouches non exposées du même lot et soustrahissez leur valeur moyenne de blanc.

### Electrode spécifique

Préparez, selon la méthode suivante, un tampon de force ionique. Dissolvez 57 ml de acide acétique glaciale en 500 ml d'eau et ajoutez 50 g de chlorure de sodium et 0,3 g de citrate de sodium. La solubilisation terminée, réglez le pH à 5-5,5 (optimal 5,3) en ajoutant NaOH 10 M. Diluez à 1 litre.

### IMPORTANT

Utilisez seulement de l'eau à contenu de fluorures inférieur à 0,5 mg·l<sup>-1</sup>.

Introduisez 5 ml d'eau dans l'éprouvette contenant **radiello** et agitez vigoureusement à l'aide d'un Vortex pendant 1-2 minutes. Attendez pour 10 minutes. Dans un becker de 20 ml, introduisez une ancre magnétique, 10 ml de tampon et 1 ml de la solution de la cartouche. Mettez en marche l'agitateur magnétique et mesurez le potentiel avec électrode spécifique pour fluorures. Dans les conditions d'analyse suggérées, un bon électrode doit être linéaire entre 1 et 1000 mg·l<sup>-1</sup> de ion F<sup>-</sup> avec une pente à peu près de 59 (si V est exprimé en mV).

Bien que le piégeage de **radiello** soit absolument linéaire dans l'intervalle de 10.000 à 50.000.000 µg·m<sup>-3</sup>·min, l'étendue de linearité de la méthode dépend du comportement de l'électrode. Assurez-vous, pendant le tracement de la droite de piégeage, que l'électrode soit linéaire et qu'il ait une pente de 59±0,5 dans l'intervalle de concentrations intéressées (typiquement, 5-500 mg·l<sup>-1</sup> de ion F<sup>-</sup>).

Faites le même avec deux-trois cartouches non exposées du même lot et soustrahissez leur valeur moyenne de blanc.



# Gazes et vapeurs anesthésiques

## N<sub>2</sub>O, forane, éthane, halothane et sevorane

### Composants de *radiello* à employer

Kit code 125, composé de 10 emballages, contenant:

1 corps perméatif (v. code 120-3)

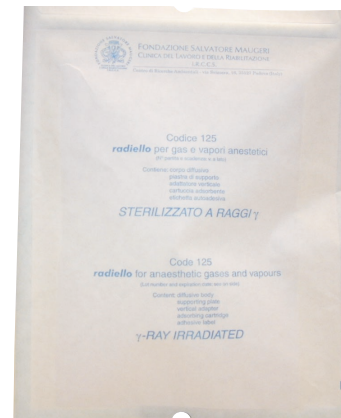
1 plaque de support (v. code 121)

1 adaptateur vertical (v. code 122)

1 cartouche adsorbante (v. code 132)

le tout est contenu dans une enveloppe en aluminium, fermée par un clip, contenue à son tour dans une enveloppe en papier-polyéthylène thermosoudée; l'ensemble est stérilisé à rayons  $\gamma$ .

Chaque composant est disponible aussi **sans stérilisation**, en paquets de 20 pièces.



### Principe

La cartouche code 132 est un tube en filet acier inoxydable rempli avec un mélange de crible moléculaire et charbon actif 35-50 mesh.

Protoxide de azote et anesthésiques halogènes imprègnent la membrane siliconique et sont piégés, respectivement, par le crible moléculaire et le charbon actif.

Les analytes piégés sont récupérés avec un mélange eau-méthanol et analysés au gaz chromatographe avec la technique de l'espace de tête.

N<sub>2</sub>O, forane, éthane et halothane ont une bonne réponse au détecteur à capture d'électrons (ECD). Le sevorane ne répond pas à l'ECD: sa détermination doit être accomplie au GC-MS.

### Débits de piégeage

Les débits de piégeage à 25 °C et 1013 hPa sont indiqués dans le tableau à côté.

### Effet de la température, de l'humidité et de la vitesse de l'air

Le changement du débit de piégeage avec la température en Kelvin (K) par rapport à la valeur mesurée à 298 K est donné par

$$Q_K = Q_{298} \left( \frac{K}{298} \right)^{1,5}$$

où  $Q_K$  est la valeur du débit à la température  $K$  alors que  $Q_{298}$  est celle-là à la température de référence de 298 K. Cela signifie que le débit change du  $\pm 5\%$  pour tous 10 °C en plus ou en moins de 25 °C.

Le débit de piégeage ne change pas avec l'humidité dans l'intervalle 15-90% pour expositions inférieures à 8 heures et avec la vitesse de l'air dans l'intervalle 0,1 et 10 m·s<sup>-1</sup>.

	débit ml·min <sup>-1</sup>
N <sub>2</sub> O	1,01
forane	2,25
éthane	3,39
halothane	4,93
sevorane	0,92



## Calculs

On calcule la concentration en l'air par:

$$C = \frac{m}{Q_K \cdot t} 1000$$

où:

**C** = concentration en  $\text{mg} \cdot \text{m}^{-3}$

**m** est la masse d'analyte en  $\mu\text{g}$  trouvée dans la cartouche exposée

**$Q_K$**  = débits de piégeage en  $\text{ml} \cdot \text{min}^{-1}$

**t** est le temps d'exposition en **minutes**.

## Exposition

Le débit de piégeage est constant pour exposition jusqu'à 8 heures avec humidité relative jusqu'à 80% et pour concentrations de  $\text{N}_2\text{O}$  jusqu'à 500 ppm et cumulative de halogénés jusqu'à 100 ppm.

Expositions plus longues que 8 heures à humidité relative supérieure à 80% mènent à la perte progressive de l' $\text{N}_2\text{O}$  déjà piégé à cause de l'effet de compétition du vapeur d'eau sur les sites actifs du crible moléculaire.

## Limite de détection et incertitude

Les cartouches sont prédépurées afin de garantir un blanc gaz chromatographique trois fois inférieur au bruit instrumental à l'atténuation instrumentale la plus petite.

En utilisant un détecteur ECD en bon état, 4 heures d'exposition garantissent les suivantes limites de sensibilité analytique: 0,5 ppm de  $\text{N}_2\text{O}$ , 0,002 ppm de forane, 0,01 ppm de éthane et 0,002 ppm de halothane. **Le sevorane ne répond pas à l'ECD.** On peut utiliser aussi un détecteur FID, en préservant une sensibilité acceptable, mais, si on veut doser au même temps le protoxide d'azote ou les autres halogénés, il faut recourir à la spectrométrie de masse. En opérant en SIM, on obtient des limites de sensibilité analytique pour  $\text{N}_2\text{O}$ , forane, éthane et halothane qui sont comparables à ceux-là de l'ECD; 1 heure d'exposition permet de doser 0,1 ppm de sevorane.

L'incertitude à  $2\sigma$  est: 5,5 % pour  $\text{N}_2\text{O}$ , 4,7-5,6 % pour forane, éthane et halothane avec détecteur ECD; 6,2 % pour  $\text{N}_2\text{O}$  et 5,5-6,2 % pour forane, éthane, halothane et sevorane avec détecteur MS.

## Durée et conservation

Le paquet code 125 est livré stérilisé à rayons  $\gamma$ . L'usage rend l'échantillonneur non plus stérile.

A l'exception de la cartouche adsorbante, l'échantillonneur est réutilisable à l'infini. Après le premier échantillonnage, l'utilisateur peut s'occuper par soi-même de la stérilisation: il lui suffira de commander les cartouches code 132, pour lesquelles la stérilisation n'est pas nécessaire.

Gardées au sec et dans un endroit non contaminé, les cartouches sont stables au moins 12 mois. Numéro de lot et date d'échéance sont imprimés sur l'enveloppe plastique de toute cartouche qui marche à scellés.

Gardées dans les mêmes conditions, les cartouches sont stables pour 30 jours après l'exposition.

### IMPORTANT

**NON STÉRILISEZ PAS EN AUTOCLAVE.**

Le traitement en autoclave altère **irrérem-dialement** la membrane siliciconique.

## Analyse

### Ce qu'il vous faut

- ✓ vial pour l'espace de tête de 20 ml
- ✓ mélange eau-méthanol 60/40 en volume
- ✓ verrière ordinaire de laboratoire.



## Ce qu'il vous faut pour tracer la droite de piégeage

- ✓ N<sub>2</sub>O pur en bouteille
- ✓ anesthésiques halogénés
- ✓ seringue à gas de 500 µl et microseringues de 100 et de 10 µl
- ✓ bouteille en verre de 1 litre avec goulot fileté, du type SVL ou équivalent, bouchon creux à vis et sous-bouchon en gomme et PTFE: *mesurez-en bien le volume en la pesant pleine d'eau.*
- ✓ agitateur magnétique et ancre à dimension moyenne (à peu près 30-40 mm de longueur)
- ✓ verriere ordinaire de laboratoire.

## Traitement de l'échantillon

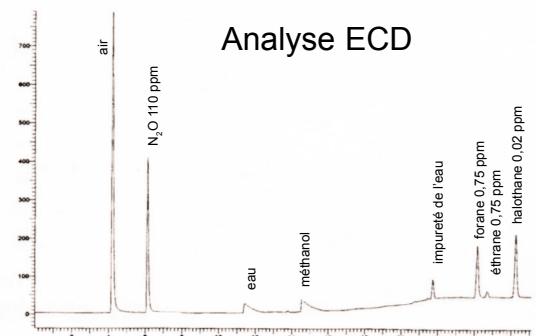
En utilisant une pipette gradué, versez dans le vial 10 ml du mélange eau-méthanol; introduisez la cartouche de **radiello** et bouchez immédiatement. Secouez, placez le vial dans l'instrument de l'espace de tête et laissez thermostaté pour une heure à 45° C.

## Analyse instrumentale

### Détecteur ECD (on ne voit pas le sevorane)

- ✓ gaz de pressurisation du vial: N<sub>2</sub> à 1,2 atm
- ✓ loop: 1 ml
- ✓ colonne gaz chromatografique: Poraplot Q (Chrompack 7554 ou équivalente), longueur 30 m, 0,32 mm de diamètre, couche 20 µm (cette colonne permet de doser soit le protoxide d'azote soit les halogénés par une seule analyse)
- ✓ gaz d'éluion: N<sub>2</sub> à 1,0 atm
- ✓ rapport de split: 10/1
- ✓ gaz de make-up: Ar-CH<sub>4</sub> (10% v/v de CH<sub>4</sub>) au flux de 30 ml·min<sup>-1</sup>
- températures:
  - ✓ four: 40° C pour 2 min, 10° C·min<sup>-1</sup> jusqu'à 150° C, 6° C·min<sup>-1</sup> ju qu'à 200° C, isotherme pour 5 minutes
  - ✓ injecteur: 150° C
  - ✓ ECD: 300° C

Avec ces conditions, les gaz chromatogrammes ressemblent celà indiqué à côté, qui a été obtenu après quatre heures d'exposition aux valeurs de concentration indiquées et à humidité relative du 70%.



### Détecteur MS

Les conditions instrumentales sont les mêmes que pour l'ECD, il suffit de remplacer l'azote avec l'hélium et d'éliminer le gaz de make-up. Opérez en SIM et mettez au point le détecteur pour les suivants ions de masse (celà souligné est le pic-base):

**N<sub>2</sub>O**: 44; **forane** et **éthrane**: 51, 67, 117; **halothane**: 117, 198, 179; **sevorane**: 33, 131, 181

Il faut mieux travailler en obscurçant l'acquisition du ion 44 après 4 minutes (on évite le pic du CO<sub>2</sub>) et en activant ce des autres ions seulement après 14 minutes de l'injection. Pendant l'intervalle, on peut acquerir un ion de masse "muette", par exemple 500. A pag. L4 il est montré le gaz chromatogramme typique en courant ionique totale. Par rapport à l'analyse ECD, les temps d'éluion sont plus brefs en conséquence du vide appliqué à la queue de la colonne.

## Calibration

Les droites de piégeage de N<sub>2</sub>O et des halogénés peuvent être tracées au même temps en introduisant tous les analytes dans le même échantillon.

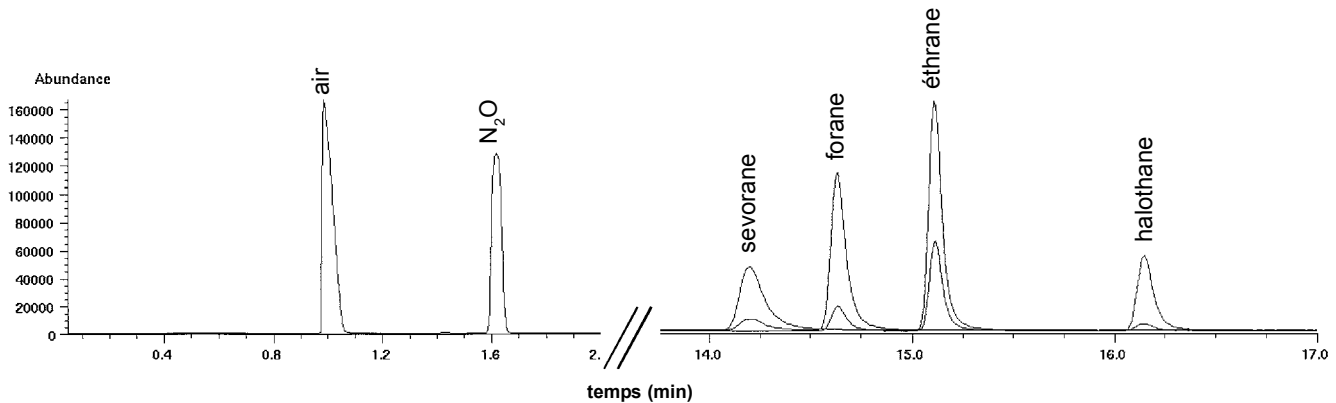
Préparez au minimum 6 vial, en versant dans chacun 10 ml de mélange eau-méthanol et une cartouche vierge. Gardez un vial comme blanc.

Embranchez la bouteille de N<sub>2</sub>O au bout d'un tube de silicone et placez l'autre extrémité sous hotte d'aspiration. Ouvrez la bouteille de manière qu'il s'écoule à peu près 1 l·min<sup>-1</sup> de gaz et laissez couler quelque minute.

Entre-temps, placez la bouteille en verre de 1 litre avec le bouchon creux à vis bien fermé et avec l'ancre sur l'agitateur magnétique et mettez-le en marche.



## TIC



Par une seringue de 20 ml (une seringue à gaz est la solution optimale, mais on peut utiliser aussi celles-là en plastique mono-usage, au détriment du soin) prélevez 40 ml d'air de la bouteille et 40 ml de N<sub>2</sub>O pur et injectez-les dans la bouteille. Si le volume de la bouteille est exactement 1 litre, la concentration de N<sub>2</sub>O devient 71,8 µg·ml<sup>-1</sup> à 25°C. Apportez les nécessaires corrections si le volume est différent.

Par la seringue à gaz prélevez les volumes de N<sub>2</sub>O pur ou de bouteille selon le schéma suivant et introduisez-les dans les vial:

Vial n°	N <sub>2</sub> O pur µl	N <sub>2</sub> O bouteille µl	égal à µg de N <sub>2</sub> O en vial	exposition équivalente mg·m <sup>-3</sup> ·min
0	--	--	--	--
1	200	--	359	283.120
2	100	--	179,5	141.560
3	--	1.000	71,8	56.625
4	--	500	35,9	28.312
5	--	250	18,0	14.156

Préparez une solution en méthanol contenant, en 500 ml, 100 µl de forane, 100 µl de éthrane, 50 µl de halothane et 100 µl de sevorane. Introduisez les volumes de solution du schéma ci-dessous dans les vial du tableau précédent qui ont déjà reçu le protoxide d'azote:

Vial n°	µl de solution	µg introduits				exposition équivalente en mg·m <sup>-3</sup> ·min			
		forane	éthrane	halothane	sevorane	forane	éthrane	halothane	sevorane
0	0	--	--	--	--	--	--	--	--
1	100	30,6	30,6	18,7	30,5	9.270	7.065	2.619	21.479
2	50	15,3	15,3	9,35	15,25	4.635	3.533	1.310	10.739
3	25	7,65	7,65	4,68	7,63	2.318	1.766	655	5.370
4	10	3,06	3,06	1,87	3,05	927	707	262	2.148
5	5	1,53	1,53	0,94	1,53	464	353	131	1.074

Les valeurs ci-dessus proposées couvrent normalement les situations les plus extrêmes dans les salles d'opération. L'analyste peut, évidemment, choisir des valeurs différentes, compte tenant de ne pas simuler expositions supérieures à 400.000 mg·m<sup>-3</sup>·min pour le protoxide d'azote et de 50.000 mg·m<sup>-3</sup>·min pour tout halogéné.

Attention! Il peut arriver que la réponse de l'ECD ne soit pas linéaire: utilisez la courbe expérimentale telle quelle **sans la linéariser**. Assurez vous, toutefois, qu'elle passe pour le zéro.

## Données utiles

nom	formule	poids moléculaire	1 mg·m <sup>-3</sup> à 25°C = ppm
protoxide d'azote	N <sub>2</sub> O	44	0,556
forane	CHF <sub>2</sub> -O-CHCl-Cl	184,5	0,133
éthrane	CHF <sub>2</sub> -O-CF <sub>2</sub> -CHClF	184,5	0,133
halothane	CF <sub>3</sub> -CHBrCl	197,4	0,124
sevorane	CH <sub>2</sub> F-O-CH(CF <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	200	0,123



# Phénols

## (désorbés thermiquement)

### Composants de *radiello* à employer

Corps diffusif blanc code 120

Plaque de support code 121

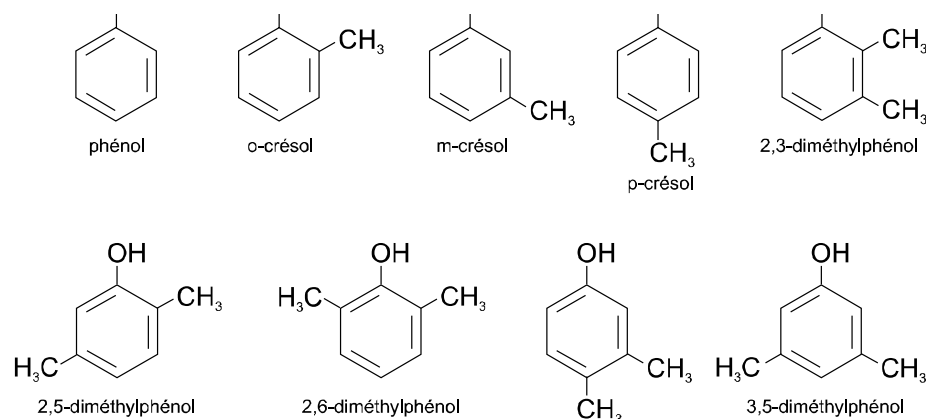
Adaptateur vertical code 122 (à option)

Cartouche absorbante code 147

### Principe

La cartouche code 147 est un tube filet acier inoxydable de 4,8 mm de diamètre à la maille 100 mesh, rempli avec 250±10 mg de Tenax TA 20-35 mesh. Les phénols sont piégés par adsorption, désorbés thermiquement et analysés par la chromatographie capillaire.

La méthode a été mise à point pour les suivants phénols:



### Débits de piégeage

Le tableau à côté indique les débits de piégeage à 25 °C (298 K) et 1013 hPa.

### Effet de la température, de l'humidité et de la vitesse de l'air

Le changement du débit de piégeage avec la température en Kelvin (K) par rapport à la valeur mesurée à 298 K est donné par :

$$Q_K = Q_{298} \cdot \left( \frac{K}{298} \right)^{1,5}$$

où  $Q_K$  est la valeur du débit à la température K alors que  $Q_{298}$  est celle-là à la température de référence de 298 K.

Le débit de piégeage ne change pas avec l'humidité dans l'intervalle 15-90% et avec la vitesse de l'air dans l'intervalle 0,1 et 10 m·s<sup>-1</sup>.

	débit ml.min <sup>-1</sup>	Limite de détection <sup>1</sup> µg.m <sup>-3</sup>	Incertitude à 2σ %
phénol	38	0,3	24,1
o-crésol	45	0,4	17,5
m-crésol	48	0,4	8,0
p-crésol	48	0,4	8,0
2,3-diméthylphénol	53	0,4	26,0
2,5-diméthylphénol	51	0,3	25,2
2,6-diméthylphénol	46	0,4	7,6
3,4-diméthylphénol	60	0,4	22,1
3,5-diméthylphénol	61	0,4	22,2

<sup>1</sup>pour exposition de 24 heures et mesurée par détecteur MS dans les conditions de désorption décrites à la page M2 (Analyse)



## Calculs

Les valeurs de débit indiquées dans le tableau comptent déjà le rendement de récupération. **On calcule, donc, la concentration moyenne de la période d'exposition par la masse piégée et par le temps d'exposition sans introduire aucun d'autre facteur correctif**, sauf que celui-là relatif à la température moyenne d'échantillonnage.

La concentration moyenne  $C$  en  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  durant la période d'exposition est calculée par

$$C [\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}] = \frac{m [\mu\text{g}]}{Q_k [\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}] \cdot t [\text{min}]} \cdot 1.000.000$$

où:

$m$  = masse trouvée en  $\mu\text{g}$

$t$  = temps d'exposition en minutes

---



---

## Exposition

### Lieux de travail

On suggère expositions entre 2 et 8 heures.

### Intérieur et extérieur (*indoors et outdoors*)

On suggère expositions entre 8 heures et 7 jours.

---



---

## Durée et conservation

La durée de la capacité adsorbante du Tenax est virtuellement illimitée. Gardez au frais et dans un endroit non contaminé par phénols, blanc et la capacité adsorbante sont stables pour 24 mois au minimum.

Numéro de lot et date d'échéance sont imprimés sur l'enveloppe plastique de toute cartouche qui marche à scellés. Gardées dans les mêmes conditions, les cartouches sont stables pour 3 mois après l'exposition.

---



---

## Analyse

La méthode proposée de suite a été élaborée par un désorbeur thermique Perkin-Elmer Turbomatrix couplé au gaz chromatographe-spéctromètre de masse Agilent 5973 MSD. La même méthode peut être utilisée avec instrumentation différente, avec toute petite modification selon l'expérience de l'analyste et les caractéristiques de l'instrumentation utilisée.

### Désorption

Le tube 1/4" dont le Turbomatrix est équipé doit être bien vide et libre: enlevez-en le disque filet acier inoxydable placé à l'intérieur et, s'il y a, même les ressorts. Le diamètre extérieur de la cartouche code 147 est exactement le même que le diamètre intérieur du tube du Turbomatrix. En plus, sa longueur est telle que, en l'introduisant dans le tube jusqu'à la gravure, elle s'y place justement au milieu.

Pas tous les tubes Perkin-Elmer ont exactement le même diamètre intérieur: il peut arriver qu'on doive y enfoncer la cartouche par un outil (par exemple, le piston métallique d'une microsiringue 500  $\mu\text{l}$  ou, s'il n'y en a pas, même un morceau de fil de fer 2-3 mm de diamètre). Au contraire, le diamètre pourrait être plus grand que celui moyen: dans ce cas-là, la cartouche y pénètre si librement qu'elle pourrait être déplacée du milieu même par le gaz désorbant. Afin d'empêcher le déplacement de la cartouche, il suffira d'en déformer un tout petit peu un des bouts par les doigts.

Une fois le tube enfermé, on va le placer dans le passeur du Turbomatrix, les gravures en bas.



## Températures et temps

- ✓ Désorption: 280 °C pour 10 minutes
- ✓ Piège (Tenax TA): lors de l'adsorption 2 °C, lors de la désorption 99 °C/sec jusqu'à 290 °C, 1 minute à 290 °C
- ✓ Valve 6 voies: 150 °C
- ✓ Transfer line: 200 °C

## Débits

- ✓ Gaz désorbant: helium 24 psi
- ✓ Débit de désorption: 100 ml·min<sup>-1</sup>
- ✓ Débit au piège: 10 ml·min<sup>-1</sup>
- ✓ Split à la colonne: 30 ml·min<sup>-1</sup>

## Analyse instrumentale

### Colonne

J&W PONA, 50 m longueur, d.i. 0,2 mm, couche 0,5 µm; la colonne est directement connectée à la valve six voies du Turbomatrix

### Températures

- ✓ four GC: 50 °C pendant 2 minutes, 8 °C·min<sup>-1</sup> jusqu'à 160 °C, 12 °C·min<sup>-1</sup> jusqu'à 260 °C, isotherme finale 2 minutes
- ✓ connexion au GC-MS: 250 °C

### Débits

- ✓ gaz d'élution: helium à 0,7 ml·min<sup>-1</sup>

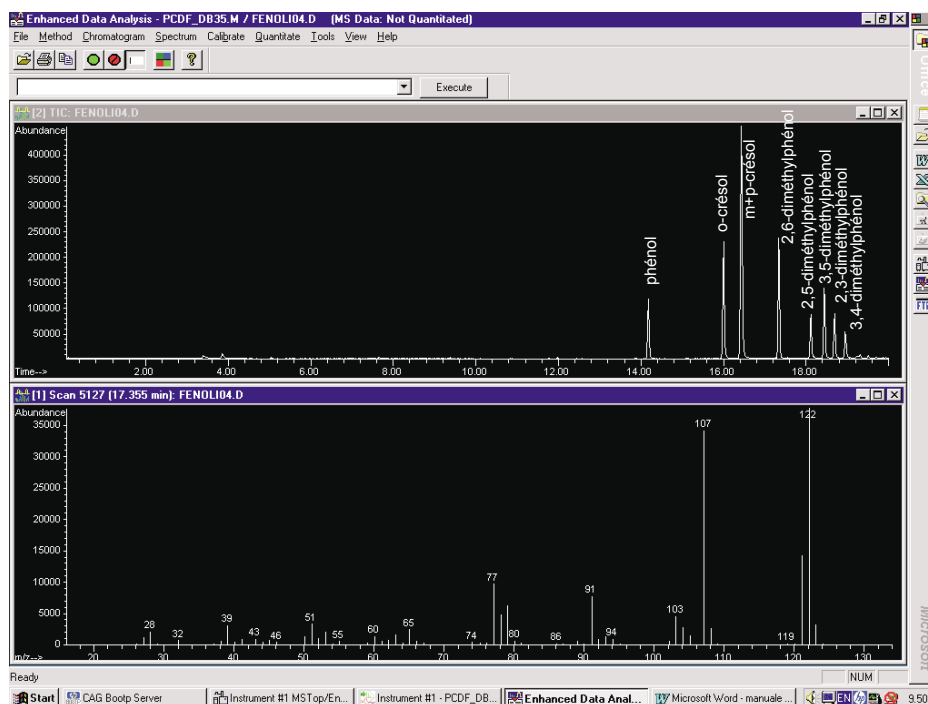
Un exemple de chromatogramme en courant ionique totale est montré ci-dessous;

## Etalonnage

On trace la courbe d'étalonnage en injectant dans une cartouche vierge sous courant d'azote une solution de phénols en méthanol. On peut faire comme suite. Connectez, à la sortie de l'injecteur d'un gaz chromatographe, un morceau (environ 10 cm) d'une colonne capillaire wide-bore (0,53 mm diamètre intérieur) sans couche, dont l'autre bout est connecté à un raccord-réduction Swagelok 1/16"-1/4". En place de la douille 1/4" inox, employez-en une des celles PTFE de fermeture des tubes du Turbomatrix.

Introduisez une cartouche vierge dans un tube du Turbomatrix et connectez ce tube au raccord-réduction Swagelok.

Réfrigeré le four et échauffé à 200 °C l'injecteur, injectez 1 µl de la solution en méthanol sous une courant d'azote d'environ 50 ml·min<sup>-1</sup> et laissez le gaz s'écouler pendant deux minutes. La cartouche est prête à l'analyse comme les autres.





On vous suggère de disposer d'un groupe de solutions étalons diluées en progression, par exemple contenant, de chaque composé: 8, 4, 2, 1, 0,04, 0,02 et 0,01  $\mu\text{g}\cdot\mu\text{l}^{-1}$

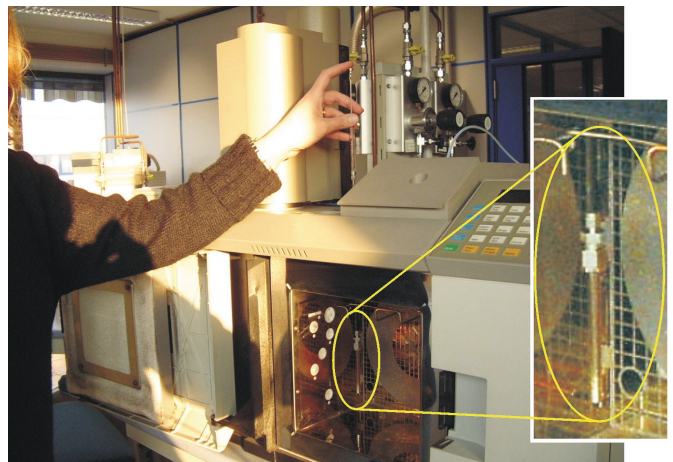
## Récupération des cartouches

Le rendement de récupération des phénols est supérieur au 98%. Traces de phénols peuvent rester dans la cartouche, qui peut être régénérée pour un nouveau emploi selon la méthode suivante:

lavez la cartouche avec méthanol, par exemple, en la plaçant dans une éprouvette avec 5 ml de solvant, et en la secouant de temps en temps.

Essuyez-la à l'air et dépurez en courant d'azote à 300 °C pour deux heures.

La grande stabilité du Tenax TA permet d'utiliser la cartouche plusieurs fois, à condition que pendant la désorption ou la dépuration la température ne dépasse jamais 300 °C et l'hélium et l'azote ne contiennent pas plus que 10 ppm de oxygène.



*On peut préparer facilement les courbes d'étalonnage en connectant, à la sortie de l'injecteur du gaz chromatographe un morceau (environ 10 cm) d'une colonne capillaire wide-bore (0,53 mm diamètre intérieur) sans couche, dont l'autre bout est connecté à un raccord-réduction Swagelock 1/16"-1/4".*



## Table des codes

Code	Description	Page
120	corps diffusif blanc	A5, A8
120-1	corps diffusif bleu	A5, A8
120-2	corps diffusif jaune	A5
120-3	corps perméatif en membrane siliconique	A5
121	plaque de support	A5, A8
122	adaptateur vertical	B1, B3
122-1	adaptateur à encastrer	A8
123-	radiello-prêt-à-l'usage	A8
124-1	bouchon de fermeture du corps diffusif	A8
124-2	boites plastique pour le radiello prêt-à-l'usage	A8
125	échantillonneur de gazes et vapeurs anesthésiques	L1
126	thermomètre et data logger	B3
127	lecteur de température avec adaptateur port serielle et software	B3
130	cartouche adsorbante en charbon actif	D1
132	cartouche adsorbante de gazes et vapeurs anesthésiques	L1
145	cartouche adsorbante en charbon graphité	E1
147	cartouche adsorbante en Tenax	M1
165	cartouche chimiadsorbante pour aldéhydes	C1
166	cartouche chimiadsorbante pour NO <sub>2</sub> et SO <sub>2</sub>	F1
168	cartouche chimiadsorbante por NH <sub>3</sub>	I1
169	cartouche adsorbante pour HCl	J1
170	cartouche chimiadsorbante pour H <sub>2</sub> S	H1
171	solution d'étallonage pour H <sub>2</sub> S	B4, H2
172	cartouche chemiadsorbente pour ozone	G1
175	cartouche vide filet acier inoxydable 100 mesh, diamètre 5,9 mm	B6
176	cartouche vide filet acier inoxydable 100 mesh, diamètre 4,9 mm	B6
177	cartouche vide filet acier inoxydable 3x8 µm, diamètre 4,9 mm	B6
190	étiquette autoadhésive code barres	A5, B6
195	clip à accrocher	B6
196	abri contre les intempéries	B1
198	bande à accrocher pour l'abri	B2, B6
199-1	éprouvette vide en verre avec bouchon	B6
199-2	éprouvette vide en plastique avec bouchon	B6
302	solution d'étallonage pour aldéhydes	B4, C3
405	set d'étallonage BTEX, désorbés par CS <sub>2</sub>	B5
406	set d'étallonage COV pour les lieux de travail	B5
407	set d'étallonage BTEX, thermiquement désorbés	B5