



Phénols

(désorbés thermiquement)

Composants de *radiello* à employer

Corps diffusif blanc code 120

Plaque de support code 121

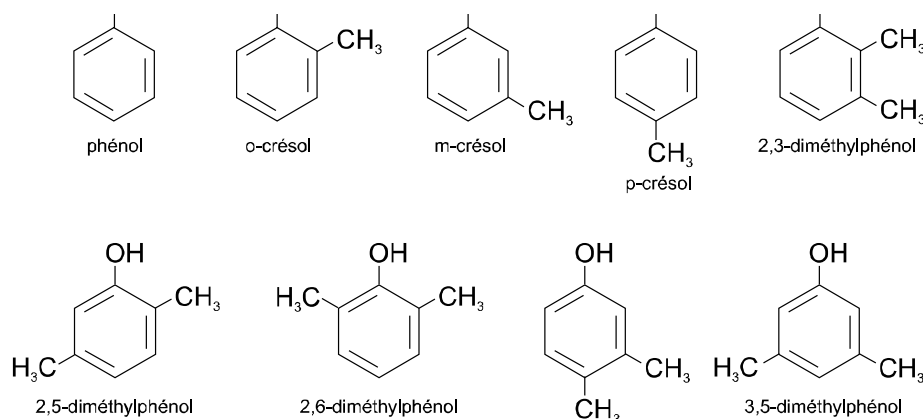
Adaptateur vertical code 122 (à option)

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⁻¹.

	débit ml.min ⁻¹	Limite de détection ¹ µg.m ⁻³	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

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

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 fsmprd@fsm.it





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 μg

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 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 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⁻¹
- ✓ Débit au piège: 10 ml·min⁻¹
- ✓ Split à la colonne: 30 ml·min⁻¹

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⁻¹ jusqu'à 160 °C, 12 °C·min⁻¹ jusqu'à 260 °C, isotherme finale 2 minutes
- ✓ connexion au GC-MS: 250 °C

Débits

- ✓ gaz d'élution: helium à 0,7 ml·min⁻¹

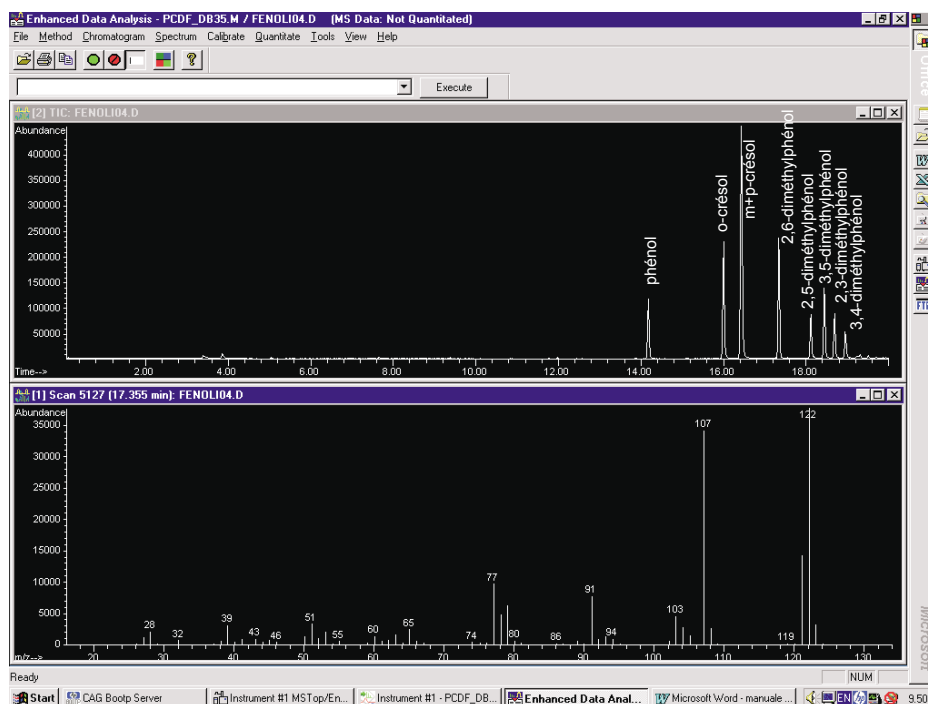
Un exemple de chromatogramme en courant ionique totale est montré ci-dessous;

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 un courant d'azote d'environ 50 ml·min⁻¹ 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 $\mu\text{g}\cdot\mu\text{l}^{-1}$

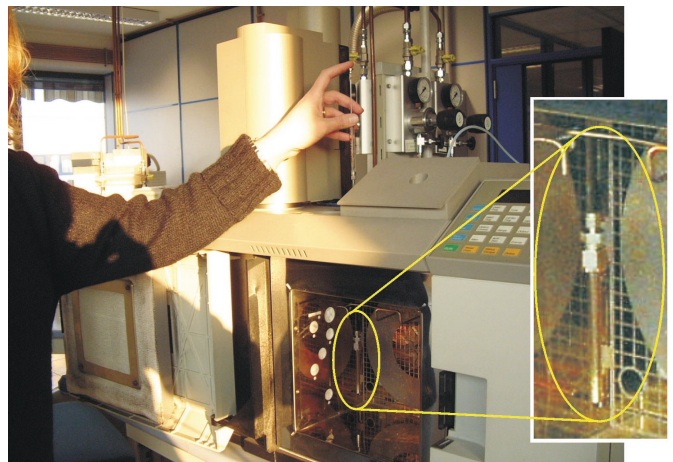
Récupération des cartouches

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".