

## 1-3 Butadiène M-177

**Prélèvement** : Actif sur tube de charbon actif

**Analyse** : CPG détection FID

**Données de validation** \_\_\_\_\_ Validation complète

**Numéro de la méthode** \_\_\_\_\_ M-177

**Ancien numéro de fiche** \_\_\_\_\_ 076

### Substances

#### Informations générales

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

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

Substance	données de validation
1-3 Butadiène	Validation_153

#### Principe et informations

Cette méthode a été mise au point pour la valeur ACGIH de 4,42 mg/m<sup>3</sup>. Depuis le 1er février 2021, une VLEP-8h réglementaire française a été publiée (décret n° 2020-1546 du 9 décembre 2020). La méthode décrite ci-dessous n'est pas valable pour la nouvelle VLEP. Elle peut être employée pour des concentrations dans l'atmosphère atteignant 2\*VLEP-8h.

Pour des concentrations plus faibles il est recommandé d'utiliser la méthode M-424.

Pour des concentrations plus faibles il est conseillé de suivre la méthode **M-424**<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> [https://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL\\_424](https://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL_424)

#### AVERTISSEMENT

La méthode de désorption solvant n'est pas suffisamment sensible pour le dosage de Butadiène dans une coupe hydrocarbures (C3-C4). Pour ce type d'analyse, il convient d'utiliser une méthode basée sur la désorption thermique plus sensible.

### Principe de prélèvement et d'analyse

**Etat physique** \_\_\_\_\_ Gaz et vapeurs

**Type de prélèvements** \_\_\_\_\_ Actif

**Principe général et mise en œuvre pratique du prélèvement**<sup>2</sup>

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

**Nom du dispositif** \_\_\_\_\_ tube de charbon actif

**Technique analytique** \_\_\_\_\_ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

**Injecteur** \_\_\_\_\_ SPLIT/SPLITLESS

**Détecteur** \_\_\_\_\_ IONISATION DE FLAMME (FID)

### Domaine d'application

Substance	Quantité minimum sur le dispositif	Quantité maximum sur le dispositif
1-3 Butadiène	6,6 µg	264 µg

## Liste des réactifs

- SULFURE DE CARBONE

consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire<sup>3</sup>

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

## Méthode de prélèvement

Dispositifs de prélèvement actif pour le prélèvement de gaz ou vapeurs<sup>4</sup>

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

Nombre d'éléments (dispositifs) composant le dispositif en série \_\_\_\_\_ 1

### Dispositif de prélèvement

Type de dispositif \_\_\_\_\_ ▪ TUBE 70 mm diam 6 mm

Support ou substrat de collecte \_\_\_\_\_ ▪ CHARBON ACTIF

Quantité de support dans la plage de mesure (mg) \_\_\_\_\_ 100

Quantité de support dans la plage de garde (mg) \_\_\_\_\_ 50

Commentaires, conseils, consignes :



### Conditions de prélèvement

#### Plage de débit

Débit mini (L/min) \_\_\_\_\_ 0,100

Débit maxi (L/min) \_\_\_\_\_ 1

#### Pompe de prélèvement

- Pompe de 0,02 à 0,5 L/min pour les prélèvements long terme
- Pompe de 0,1 à 3,5 L/min pour les prélèvements court terme

En savoir plus sur ce dispositif<sup>5</sup>

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

## Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire<sup>6</sup>

<sup>6</sup><http://www.inrs.fr/dms/inrs/pdf/metropol-analyse-principe.pdf>

### Préparation de l'analyse

Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements \_\_\_\_\_ 28 jour(s)

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

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

#### 1 étape de préparation :

Étape de préparation n° 1

Séparation des plages \_\_\_\_\_ oui  
 Solvant ou solution \_\_\_\_\_ ■ DISULFURE DE CARBONE  
 Type de préparation \_\_\_\_\_ ■ Désorption  
 Volume \_\_\_\_\_ 2 mL  
 Temps d'agitation \_\_\_\_\_ 5 min

**Commentaires :**

- Agiter mécaniquement l'échantillon 5 minutes.
- Prélever le surnageant dans les 5 minutes après la fin de l'agitation .

**Description**

Un blanc de laboratoire au minimum sera conservé au réfrigérateur à l'abri de toute source de solvant, et un blanc de terrain au minimum suivra le même parcours que les dispositifs utilisés pour le prélèvement.

**1 condition analytique :**

Condition analytique n° 1

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

Technique analytique \_\_\_\_\_ ■ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE  
 Injecteur \_\_\_\_\_ ■ SPLIT/SPLITLESS  
 Colonne \_\_\_\_\_ ■ PLOT  
 Détecteur \_\_\_\_\_ ■ IONISATION DE FLAMME (FID)

**Etalonnage et expression des résultats**

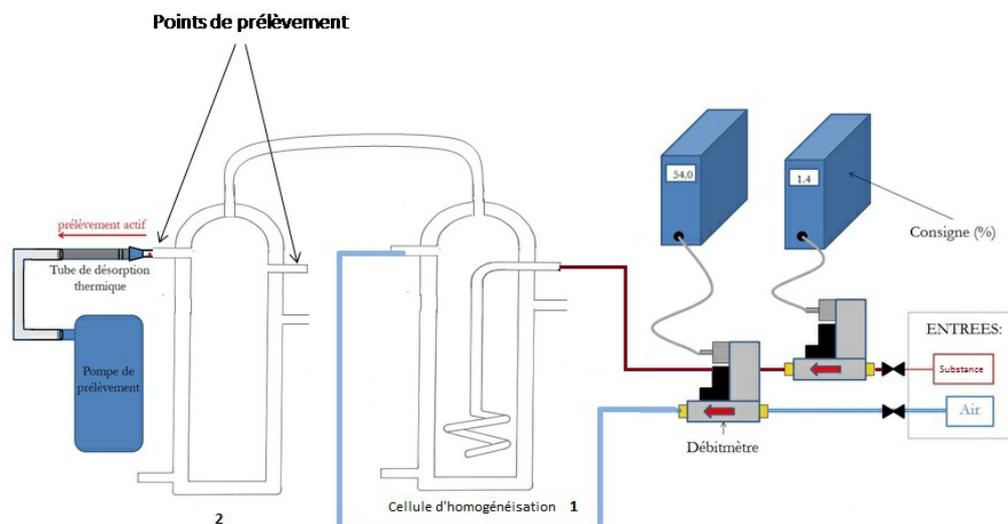
Principe d'étalonnage \_\_\_\_\_ externe

**Commentaires :**

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

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

Montage de dopage des étalons :



### Protocole de dopage des étalons :

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

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

### Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

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

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

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

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

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

$P_{atm}$  : pression atmosphérique en mmHg

T : température du prélèvement en °C

$C_1$  : concentration dans la cellule de prélèvement en  $\mu\text{g/L}$

$C_2$  : concentration de la substance dans la bouteille en ppm

M : masse molaire de la substance en g/mol

m : masse de substance en  $\mu\text{g}$

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

t : temps de prélèvement en min

### Calcul de la concentration atmosphérique<sup>7</sup>

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

### Compléments :

D'autres méthodes d'étalonnage ont été testées à partir de solutions commerciales. Elles donnent des résultats équivalents. Les chromatogrammes sont consultables dans les informations complémentaires des données de validation. (voir conseils en information complémentaires des données de validation)

## Contacts

metropol@inrs.fr

## Bibliographie

## Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
076	Jusqu'au 14/08/2013	Création et mises à jour
076/V01.01	14/08/2013	Nouvelle présentation Révision de la terminologie
M-177/V01	Novembre 2015	Mise en ligne
M-177/V02	Novembre 2018	Modification de la méthode d'analyse ; ajout de courbes d'étalonnage
M-177/V03	Décembre 2022	Notification d'une VLEP-8h. Avertissement sur le manque de sensibilité de cette méthode