



Dosimètres 3551

Méthode d'analyse pour l'oxyde d'éthylène

Résumé de la méthode

Les vapeurs d'oxyde d'éthylène (ETO) sont absorbées sur un charbon actif traité chimiquement, où elles sont transformées en Bromo-2 Ethanol.

La désorption s'effectue avec une solution à 10% de Chlorure de méthylène dans le méthanol, et la mesure est faite sur un chromatographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur à capture d'électrons (ECD) et d'une colonne capillaire.

Certaines méthodes, utilisant un détecteur à ionisation de flamme (FID) avec une colonne capillaire, ou un ECD avec une colonne tassée, sont décrites en Annexe B.

Appareils

Dosimètres 3551

Fabriqué par 3M, pour l'oxyde d'éthylène.

Chromatographe

Hewlett Packard, modèle 5890 A équipé d'un détecteur à capture d'électrons.

Colonne analytique

J & W, DB 225 (50% de cyanopropylméthyl et 50% de méthylphényl polysiloxane), 0,25µm de diamètre intérieur, 15m de capillaire.

Flacons

2ml à bouchons téflonnés

Réactifs

Méthanol : anhydre, RP

Chlorure de méthylène

Solution de désorption : 10 % du mélange à 50 % de chlorure de méthylène et 50 % de méthanol.

Oxyde d'éthylène

Gaz :
Hélium, gaz vecteur, pureté > ou égale à 99.995%

Mélange P5 : 5% de méthane
(gaz auxiliaire) 95% d'argon

Attention

Manipuler les bouteilles de gaz comprimé avec précautions. Eviter de les soumettre à des températures élevées.

Etalonnage

Une solution de 4ml d'ETO (gaz) dans 10ml d'eau distillée est préparée et mélangée sur le dosimètre 3551. Les quantités de mélange sont de 5µl (3.59µg), 15µl (10.77µg), 20µl (14.36µg), 40µl (28.72µg) et 70µl (50.26µg).

Une meilleure ligne d'accès est calculée par la régression technique du haut pic de corrélation avec la quantité de mélange sur le dosimètre.

Note

La solution d'ETO est préparée en prélevant 4 ml de gaz ETO à l'aide d'une seringue (de 5ml) imperméable au gaz.

L'aiguille est plongée dans un bécher contenant de l'eau distillée, une petite quantité d'eau est prélevée par la seringue. Lorsque le gaz ETO se dissout, un vide est créé qui permet l'aspiration d'eau distillée à l'intérieur de la seringue, jusqu'à saturation.

Diluer cette solution dans un flacon volumétrique de 10ml.

En même temps, une courbe standard peut-être préparée pour les dilutions du bromo-2 éthanol dans du chlorure de méthylène à 10% dans le méthanol, afin de calculer la quantité équivalente d'ETO.

$$\text{ETO } (\mu\text{g}) = \text{bromo-2 } \text{éthanol } (\mu\text{g}) \times \frac{44,05}{128,98}$$

Analyse de l'échantillon

Par l'ouverture centrale, introduire dans chaque dosimètre, à l'aide d'une pipette ou d'une seringue, 1,5 ml de solution de désorption (replacer aussitôt le bouchon).

Laisser désorber 30 minutes en agitant de temps en temps.

Verser l'éluant dans un flacon de 2 ml et la laisser décanter.

Injecter dans le chromatographe 1µl de cette solution.

Intercaler les étalons à travers la série d'analyses à effectuer de préférence au début, au milieu et en fin de série.

Après chaque analyse chromatographique, nettoyer la colonne en injectant du méthanol.

L'insert est emballé dans 2cm de laine de verre et, doit être changé après 50 à 250 injections. Pour les paramètres de chromatographie voir en Annexe A.

Calculs

La concentration moyenne d'oxyde d'éthylène, pendant la durée de prélèvement, peut-être déterminée par le temps d'exposition du dosimètre, le poids du contaminant déterminé par chromatographie en phase gazeuse, le coefficient de récupération et la constante de calcul A ou B.

$$A = \frac{1000}{\text{vitessedediffusion}} = 20,28$$

$$B = \frac{1000 \times 24,25}{\text{vitessedediffusion} \times \text{massemolaire}} = 11,26$$

La concentration moyenne d'oxyde d'éthylène pendant la durée de prélèvement est calculée comme ci-dessous :

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = \frac{P}{r \times t} \times A$$

ou

$$C \text{ (ppm)} = \frac{P}{r \times t} \times B$$

Avec P : poids d'oxyde d'éthylène, en µg
r : coefficient de récupération
t : temps d'exposition du dosimètre en minutes

Note

Quand la courbe standard est préparée par le mélange du gaz ETO sur le dosimètre, le coefficient est automatiquement trouvé égal à 1.

Si le bromo-2éthanol est utilisé pour la courbe standard, il est nécessaire que le laboratoire détermine et utilise un nouveau coefficient.

Au sein de notre laboratoire, l'expérimentation nous a donné un coefficient de 0,85.

Les expressions précédentes de calculs sont utilisées pour une température ambiante de 25°C et sous une pression de 760 mm de Hg. Lorsque le prélèvement s'effectue sous des conditions différentes, les expressions de calculs seront seulement corrigées en fonction de la température.

Il conviendra donc d'appliquer un coefficient de correction de température :

$$C = \frac{P}{r \times t} \times (A \text{ ou } B) \times Cct$$

Température de prélèvement	Facteur de correction de température Cct
44	0.97
37	0.98
31	0.99
25	1.00
19	1.01
13	1.02
7	1.03
2	1.04
-3	1.05
-8	1.06

L'effet de la température est donc à peu près de 1% pour une variation de 6°C.

Exemple de calcul

Durée de prélèvement : 465 min

Température : 19°C

Constante de calcul A : 20,28

Constante de calcul B : 11,26

Poids d'oxyde d'éthylène : 40,7 µg

Coefficient de désorption : 1

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = \frac{40,7}{1 \times 465} \times 20,28 \times 1,01$$

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = 1,8 \text{ mg/m}^3$$

Et

$$C \text{ (ppm)} = \frac{40,7}{1 \times 465} \times 11,26 \times 1,01$$

$$C \text{ (ppm)} = 1,0 \text{ ppm}$$

Limite de mesure

La limite de mesure dans votre laboratoire doit être de 1µg. Cette précision admet une concentration de 0,75 ppm avec un temps d'exposition de 15 minutes ou une concentration de 0,02 ppm pour 8 heures d'exposition.

Stabilité de l'échantillon

Des tests de conservation des échantillons ont été effectués avec des dosimètres à 75% de leur capacité d'absorption. La moitié des dosimètres a été conservée dans une pièce à 25°C.

Après 50 jours de stockage, la perte de capacité des dosimètres est respectivement de 6,4% et de 7,2%.

Interférences

Acétone et isopropanol peuvent tous les deux être bromés par la chimie du dosimètre 3551.

Assurez-vous avec précaution que chaque colonne trouve une solution adéquate pour séparer effectivement l'acétone bromée et les dérivés d'isopropanol.

Annexe A

Paramètres pour le chromatographe HP 5890A

Température du four :	60°C
Temps de stabilisation avant injection :	1 min
Temps initial :	7,5 min
Programmation de température :	50°C / min
Température finale :	180°C
Temps final :	5 min
Température de l'injecteur A :	150°C
Température du détecteur :	300°C

Le temps et les températures peuvent varier en fonction des instruments ou de la colonne utilisée.

Paramètres de l'intégrateur

Zéro :	10%
Attribut 2 :	4
Vitesse de déroulement du papier :	0,5
Surface rejetée :	0
Thrsh :	0
Donnée du fabricant	
Pk wd :	0,04
Donnée du fabricant	

Table des évènements

1,100 Intg # :	9
4,500 Intg # :	-9
7,500 Intg # :	9

Le temps dépend des instruments ou de la colonne.

Options

Détecteur B :	ECD
Purge A :	On
Purge B :	On
Fuite :	40 ml/min

Pression des gaz

Hélium :	50 psi
Mélange P5 :	35 Psi

Annexe B

Méthode utilisant un détecteur de flamme à ionisation avec une colonne capillaire

Extraction : 10% de chlorure de méthylène dans le méthanol

Colonne : 5% de diphényl, 95% de diméthyl polysiloxane (30 M x 0,25 de diamètre intérieur x 0,5µm de film)

Température du four : 50°C isothermique

Fuite : 30 ml/ min

Température d'injection : 150°C

Température du détecteur : 300°C

Cette méthode a une sensibilité différente de celle de l'ECD, sa sensibilité et son exactitude est de 0,2 ppm pour 8h d'exposition.

Méthode utilisant un ECD avec une colonne capillaire

Extraction : 1,5 ml de 10% de chlorure de mésitylène dans le méthanol

Dilution : diluer 10µl d'éluant dans 1 ml de mélange à 50% de toluène et 50% d'acétonitrile

Injection : 1µl d'extrait dilué

Colonne : 10 x 2mm (diamètre intérieur) d'une colonne tassée avec 10% de DEGS (Diéthylène Glycol Succinate) sur du chromosorb de taille 80/100.

Température d'injection : 150 – 160 °C

Température du détecteur : 250 – 300°C

Température du four : 110 – 125°C

Gaz vecteur : 25 – 35 cm³/min

Attention :

L'acétone et l'isopropanol peuvent être bromés par la chimie des dosimètres 3551. Utiliser avec précaution chaque colonne en s'assurant de trouver une solution adéquate pour séparer correctement l'acétone bromé et les dérivés de l'isopropanol.



3M France

Produits pour l'Hygiène et Sécurité

Boulevard de l'Oise 95006 Cergy Pontoise cedex

Téléphone : 01.30.31.65.96

Fax : 01.30.31.65.55

Site internet : www.3M.com/fr/securite

Email : 3m-france-epi@mmm.com