

Siloxane D4 M-427

Cette méthode décrit le prélèvement Actif sur cassette ; tube de charbon actif et l'analyse par CPG détection FID de la (des) substance(s) :

Siloxane D4

Données de validation _____ Validation complète

Numéro de la méthode _____ M-427

Substances

Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
Siloxane D4	FT-271

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	densité (g/cm ³)	Synonymes
Siloxane D4	556-67-2	C ₈ H ₂₄ O ₄ Si ₄	296,2	0,95	Octaméthylcyclotétrasiloxane, OMCTS, Tétracyclométhicone, Tétramère cyclique de diméthylsiloxane

Substance	données de validation
Siloxane D4	Validation_324

Principe et informations

Le Siloxane D4 est présent dans l'air sous forme d'un mélange de gaz et particules liquides. Il convient donc de prélever les deux fractions de manière simultanée. Pour cela, un dispositif combiné est utilisé, composé d'une cassette contenant un filtre pour retenir les particules liquides et d'un tube de charbon actif qui retient la phase gazeuse.

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Aérosols (mélange de gaz ou vapeurs / particules)

Type de prélèvements _____ Actif

Principe général du prélèvement ¹

¹ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-principe.pdf>

Nom du dispositif _____ cassette ; 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
Siloxane D4	42 µg	32 mg

Liste des réactifs

- ACETONE
- METHANOL

consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire ²

² <http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

Méthode de prélèvement

Nombre d'éléments (dispositifs) composant le dispositif en série _____ 2

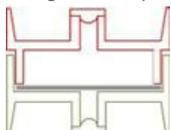
Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ■ CASSETTE 37 mm 2 pièces

Support ou substrat de collecte _____ ■ FILTRE FIBRE DE QUARTZ

Commentaires, conseils, consignes :

Une grille est déposée sur le fond de la cassette et le filtre est posé au dessus de la grille.



Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ■ TUBE 110 mm diam 8 mm

Support ou substrat de collecte _____ ■ CHARBON ACTIF

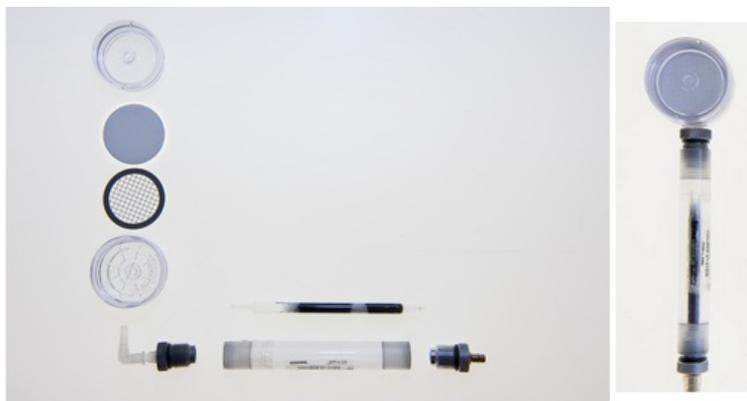
Quantité de support dans la plage de mesure (mg) _____ 400

Quantité de support dans la plage de garde (mg) _____ 200

Commentaires, conseils, consignes :



Schéma du dispositif en série



Les références des grilles et coudes sont indiquées dans les données de validation.

Conditions de prélèvement

Débit (L/min) _____ 1

Temps de prélèvement maximum _____ 2

Particularités, commentaires, conseils :

Les essais de validation ont montré que le claquage du tube de charbon actif pouvait avoir lieu entre 2 et 4 heures de prélèvement.

Pompe de prélèvement

■ pompe à débit de 1 à 5 L/min compensant les fortes pertes de charges (sup à 20 pouces d'eau)

Conditionnement particulier

Description :

A la fin du prélèvement de la substance, il faut effectuer un prélèvement de 30 minutes d'un air pur à un débit de 1 L/min (en connectant un tube de charbon actif à l'amont de la cassette) afin de transférer la masse de D4 collectée sur le filtre vers la première plage du tube de charbon actif. Les faibles quantités de D4 sur le filtre ne se conservent pas, même à 4 °C. Les deux éléments du dispositif sont alors séparés et bouchés jusqu'à l'analyse. Par précaution le filtre sera analysé avec le tube.

En savoir plus sur ce dispositif³

³<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-gaz-particules.pdf>

Méthode d'analyse**Principe général de l'analyse en laboratoire⁴**

⁴<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 jours

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

Conservation à 4 °C ± 2

Nombre d'étapes de préparation _____ 1

Commentaires sur les étapes :

Le filtre et la première plage du tube sont désorbés ensemble dans le même flacon. La seconde plage du tube est désorbée à part. Les deux flacons suivent ensuite le même protocole.

1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

Séparation des plages _____ oui

Solvant ou solution _____ ■ ACETONE / METHANOL 96 / 4 v/v

Type de préparation _____ ■ Désorption

Volume _____ 4 mL

Temps d'agitation _____ 20 min

Commentaires :

Agitation mécanique

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 _____ ■ APOLAIRE

Détecteur _____ ■ IONISATION DE FLAMME (FID)

Etalonnage et expression des résultats

La méthode d'étalonnage indiquée est celle utilisée lors du développement. Elle n'a cependant pas de caractère obligatoire.

Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants⁵

⁵<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

Solvant de l'étalon _____ ■ Même solvant que celui des échantillons

Calcul de la concentration atmosphérique⁶

⁶<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Contacts

metropol@inrs.fr

Bibliographie

Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
M-427 V1	Mars 2018	Création ; Prélèvement avec un dispositif combiné