

## Phosgène-M343

Cette méthode décrit le prélèvement en mode Actif sur Tube commercial de résine XAD2 ® imprégné et l'analyse par CPG détection thermoionique de la (des) substance(s) : **Phosgène**.

**Données de validation** \_\_\_\_\_ Partiellement disponibles

**Numéro de la méthode** \_\_\_\_\_ M-343

**Ancien numéro de fiche** \_\_\_\_\_ 075

### 1. Substances

#### 1.1. Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
Phosgène	FT Phosgène

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire
Phosgène	75-44-5	CCl <sub>2</sub> O	98,91

Substance	données de validation
Phosgène	Validation_255

#### 1.2. Principe et informations

Cette méthode décrit le prélèvement et l'analyse du phosgène. Celui-ci est prélevé au travers d'un tube commercial de résine XAD2 imprégnée d'un réactif de dérivation. La tétrabutylurée formée est alors analysée par chromatographie en phase gazeuse avec détection thermoionique.

### 2. Principe de prélèvement et d'analyse

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

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

**Dispositifs de prélèvement actif pour le prélèvement de gaz ou vapeurs**

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

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

**Détecteur** \_\_\_\_\_ DETECTION THERMOIONIQUE

### 3. Domaine d'application

Substance	Quantité minimum sur le dispositif	Quantité maximum sur le dispositif
Phosgène	0,6 µg	12 µg

### 4. Liste des réactifs

n-HEPTANE

**Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire**

### 5. Méthode de prélèvement

**Principe général et mise en œuvre pratique du prélèvement**

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

## 5.1 Dispositif de prélèvement

Type de dispositif \_\_\_\_\_ TUBE 110 mm diam 8 mm  
Support ou substrat de collecte \_\_\_\_\_ RESINE XAD2@ IMPREGNEE  
Quantité de support dans la plage de mesure (mg) \_\_\_\_\_ 400  
Quantité de support dans la plage de garde (mg) \_\_\_\_\_ 200

### Préparation du substrat :

Tube commercial de résine de XAD-2 imprégnée de dibutylamine.

### Commentaires, conseils, consignes :



## 5.2. Conditions de prélèvement

### 5.2.1. Plage de débit

Débit mini (L/min) \_\_\_\_\_ 0,500

Débit maxi (L/min) \_\_\_\_\_ 1

15 minutes (VLEP-CT possible dans ces conditions) \_\_\_\_\_ oui

Temps de prélèvement maximum en heures \_\_\_\_\_ 2

### Particularités, commentaires, conseils :

Pour la vérification du respect de la VLEP, prélèvement de 30 à 75 L (1h à 1h30), à 0,5 L/min ou 1 L/min.

Pour la vérification du respect de la VLCT, prélèvement de 15 L d'air à 1 L/min.

## 5.3. Pompe de prélèvement

Pompe à débit de 0,1 à 3,5 L/min

**Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise**

## 6. Méthode d'analyse

**Principe général de l'analyse en laboratoire**

### 6.1 Préparation de l'analyse

Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements \_\_\_\_\_ 3 semaine(s)

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements \_\_\_\_\_ Les supports prélevés doivent être conservés au moins 8 jours avant l'analyse afin d'optimiser le taux de dérivation.  
Ils peuvent ensuite, être conservés 15 jours à température ambiante sans perte de produit.

Séparation des plages \_\_\_\_\_ oui

Nombre d'étapes de préparation \_\_\_\_\_ 2

### Commentaires sur les étapes :

Première étape : désorption du dérivé par de l'heptane.

Deuxième étape : neutralisation de l'excès de dibutylamine

### 1 technique de préparation d'analyse :

#### Technique de préparation d'analyse N° 1

Séparation des plages \_\_\_\_\_ oui  
 Solvant ou solution \_\_\_\_\_ n-HEPTANE  
 Type de préparation \_\_\_\_\_ Désorption  
 Volume \_\_\_\_\_ 5 mL  
 Ultrasons \_\_\_\_\_ 4 min

**Autres conditions de préparation :**

Après les 4 minutes d'ultra-sons, transférer 2 mL de surnageant dans un flacon de 4 mL et ajouter 2 mL d'acide chlorhydrique N, destiné à neutraliser l'excès de dibutylamine.  
 Agiter vigoureusement et laisser décanter les deux phases.  
 Effectuer l'analyse sur la phase supérieure.

**6.1.2 Dérivation**

Moment de la dérivation \_\_\_\_\_ lors du prélèvement  
 Réactif \_\_\_\_\_ DIBUTYLAMINE  
 Temps de dérivation \_\_\_\_\_ 96 h

**Nom du/des dérivé(s) formé(s) et numéro(s) CAS correspondants :**

Le phosgène réagit avec la dibutylamine imprégnée sur la résine XAD-2 pour former de la tétrabutylurée.

**Commentaires :**

Les deux fonctions -Cl du phosgène sont dérivées en  $-N[(CH_2)_3-CH_3]_2$ . La première dérivation est rapide, mais la cinétique de la deuxième fonction est très lente (au moins quatre jours). Il est donc impératif de conserver les tubes une semaine avant d'effectuer l'analyse.

M Phosgène = 98,92 g/mol

M tétrabutylurée = 284,48 g/mol

**Commentaires, conseils ou conditions particulières**

Lors de la mise au point de cette méthode, du phosgène pur a été utilisé afin de déterminer le rendement de dérivation. Il a été démontré que ce rendement de dérivation était satisfaisant (voir validation complémentaire). La mise en oeuvre de la méthode ne nécessite donc plus d'utiliser du phosgène pur, il est préférable de réaliser les solutions de référence à partir de tétrabutylurée.

**6.2 Conditions analytiques**

Technique analytique \_\_\_\_\_ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE  
 Injecteur \_\_\_\_\_ SPLIT/SPLITLESS  
 Colonne \_\_\_\_\_ APOLAIRE  
 Détecteur \_\_\_\_\_ DETECTION THERMOIONIQUE

**6.3 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 polluants**

Principe d'étalonnage \_\_\_\_\_ externe  
 Solvant de l'étalon \_\_\_\_\_ n-HEPTANE

**Commentaires :**

Lors du prélèvement le phosgène est dérivé en tétrabutylurée, l'étalonnage est donc réalisé à partir d'une solution mère de tétrabutylurée (ratio dérivé/phosgène = 2,9).

Préparer une gamme de solutions étalons de la façon suivante :

-Préparer une solution-mère en pesant environ exactement 20 mg de tétrabutylurée dans 10 mL de n-heptane

-Effectuer des dilutions afin d'obtenir des solutions étalons correspondant à une plage de concentrations allant de 2 µg à 40 µg de tétrabutylurée dans 5 mL de n-heptane.

**Calcul de la concentration atmosphérique****Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :**

La quantité de tétrabutylurée dans les échantillons analysés est calculée à partir de la comparaison des surfaces ou des hauteurs de pics par-rapport à celles obtenues avec les solutions étalons.

Quantité de phosgène dans l'atmosphère :

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = (M_p - M_b) * (1000/V) * (M_1 / M_2)$$

avec : Mp (mg) : Quantité de tétrabutylurée dans l'échantillon analysé

Mb (mg) : Quantité moyenne de tétrabutylurée pour les blancs de laboratoire

V (L) : Volume d'air prélevé

M1 : Masse molaire du phosgène (M1 = 98,92)

M2 : Masse molaire de la tétrabutylurée (M2 = 284,84)

## 7. Auteurs

metropol@inrs.fr

## 8. Bibliographie

James P. HENDERSHOTT - The simultaneous determination of chloroformates and phosgene at low concentrations in air using a solid sorbent sampling-gas chromatographic procedure. Am. Ind. Hyg. Assoc. J.47(12) : 742-746 (1986)

## 9. Historique

Version	Date	Modification faisant l'objet de la nouvelle version	Paragraphes concernés
075	jusqu'au 14/08/013	Création et mise à jour	
075/V01.01	14/08/2013	Nouvelle présentation. Révision de la terminologie	Toute la fiche
M-343/V01	05/2016	Mise en ligne	