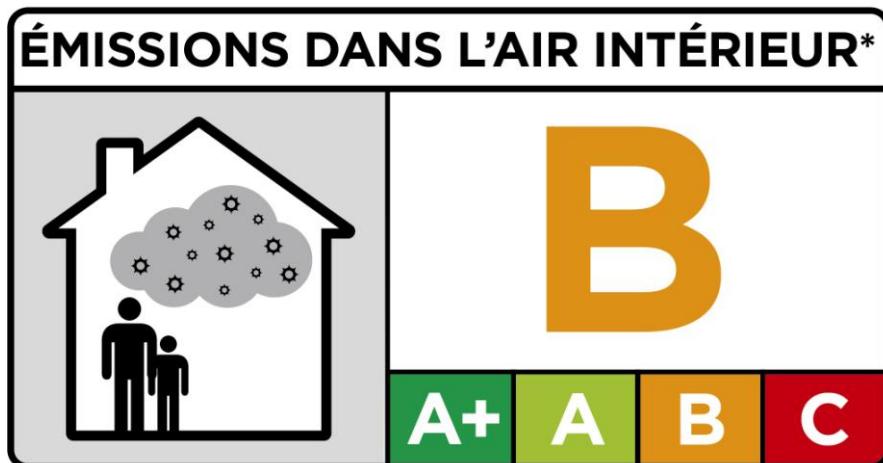


Rapport n° 12/348

Evaluation d'un produit selon le Décret Français n° 2011-321 du 23 mars 2011 relatif à l'étiquetage des produits de construction ou de revêtement de mur ou de sol et des peintures et vernis sur leurs émissions de polluants volatils.

Dans les conditions de l'essai, le produit testé (FIX-IN-SL utilisé comme colle) reçoit l'étiquetage suivant :



* Information représentative des émissions dans l'air intérieur des substances volatiles présentant un risque de toxicité par inhalation, sur une échelle de classe allant de C (fortes émissions) à A+ (très faibles émissions).

Ce rapport ne peut être reproduit que dans son intégralité

Etude réalisée pour AGC Glass Europe, Mme Deneil, Mme Mattelet

N° de commande client : 450312985
N° de commande Certech : R216
N° d'offre de prix : OP/12/195/AC

Date d'émission : **08/05/2012**

Lecture Scientifique,

Lecture Qualité,

1. Description de l'étude

1.1 Introduction

Cette étude fait suite à la demande de Mesdames Mattelet et Deneil de la société AGC Glass Europe. Elle concerne l'évaluation de l'échantillon FIX-IN-SL utilisé comme colle, selon le Décret Français n° 2011-321 du 23 mars 2011 relatif à l'étiquetage des produits de construction ou de revêtement de mur ou de sol et des peintures et vernis sur leurs émissions de polluants volatils. L'échantillon a été réceptionné le 20 mars 2012.

1.2. Méthodologie

A- Conditionnement et échantillonnage des matériaux

Le test a été réalisé en chambre d'émission, dans des conditions de température et d'humidité telles que décrites dans la norme ISO 16000-9.

Afin d'évaluer les émissions de COV par rapport à l'utilisation du matériau dans les environnements intérieurs, le taux de ventilation spécifique doit être identique entre la chambre d'émission et la chambre modèle. Ce taux de ventilation spécifique multiplié par la concentration en polluants permet d'obtenir un facteur d'émission surfacique selon la relation :

$$q_A = C_x \cdot q \text{ au temps } t, \text{ où :}$$

- q_A est le facteur d'émission surfacique
- C_x est la concentration en COV mesurée
- q est le taux de ventilation spécifique

Le taux de ventilation spécifique (q , exprimé en $\text{m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$) est relié au taux de renouvellement de l'air et au facteur de charge (L : surface du matériau testé divisée par le volume de la chambre, exprimé en m^2/m^3), par la relation $q = n/L$.

L'échantillon a été préparé le 03/04/2012. Pour cela, 7 lignes verticales de 6 cm chacune centrées et espacées de façon identique ont été placées sur une plaque en verre de $0,05 \text{ m}^2$. Un deuxième verre (surface non émissive simulant la paroi support) a été placé au-dessus du premier verre float (avec échantillon) à une distance de 3 mm à l'aide de cales, l'objectif étant de simuler une situation réelle.

Le scénario d'émission pour une application mur selon la directive française n° 2011-321 est un taux de ventilation spécifique (q) de $0,5 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$.

L'étape de conditionnement a été réalisée à une température constante de $23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ et une humidité relative de $50\% \pm 5\%$. Les prélèvements ont été réalisés le 02 mai 2012 (J+29).

Le taux de renouvellement de l'air a été réglé au moyen d'un débitmètre massique alimenté en air purifié. Afin d'estimer la contribution des émissions de la chambre d'émission elle-même (en termes de composés de type COV et de composés de type carbonyles), des blancs ont été systématiquement prélevés avant le placement de l'échantillon dans la chambre.

Les paramètres tels que le volume de la chambre d'émission, le taux de renouvellement de l'air (n) et les surfaces de test permettant de respecter le taux de ventilation spécifique requis sont mentionnés dans le tableau 1.

Tableau 1. Paramètres utilisés pour l'échantillonnage des COV

Paramètre considéré	Conditions d'essai
Température (°C)	23 ± 2
Humidité relative (%)	50 ± 5
Surface d'échantillonnage (m ²)	0,05
Débit d'air (m ³ .h ⁻¹)	0,026
Taux de ventilation spécifique (q= n/L) (m ³ .m ⁻² .h ⁻¹)	0,5
Début de l'essai	03/04/12
Prélèvements J+29	02/05/12
Echantillonnage COV	cartouche de type Tenax, 0,3 et 5 L (100 ml.min ⁻¹)
Echantillonnage aldéhydes/cétones	Cartouche de type DNPH 60 L (200 ml.min ⁻¹)

B- Mesure des émissions de COV selon ISO 16000-6

Les gaz ont été prélevés en sortie de chambre d'émission. L'échantillonnage des COV a été réalisé par adsorption sur des cartouches adsorbantes de type Tenax® (polymère phényl-phénylène oxide), selon la méthode ISO 16000-6. La vitesse de flux a été fixée à 100 ml/min et des volumes de 0,3 et 5L ont été prélevés. Après collecte des COV, les composés chimiques ont été désorbés thermiquement et concentrés sur piége cryogénique avant injection. Les COV ont été séparés par chromatographie gazeuse au moyen d'une colonne capillaire. La détection, l'identification et la quantification des composés organiques ont été réalisées par spectrométrie de masse selon la norme ISO 16000-6. Des standards externes ont été utilisés pour la calibration. La quantification est basée sur l'aire des pics.

C- Mesure des composés de type carbonyles selon ISO 16000-3

Les composés de type "C=O" ont été analysés selon les recommandations de la méthode ISO 16000-3. La ligne d'échantillonnage a été reliée à une cartouche de type DNPH « Xposure Sep-pak » fournie par *Waters* contenant de la silice imprégnée de DNPHydrazine et d'acide orthophosphorique. Les composés de type carbonyles réagissent avec le DNPH pour produire des dérivés hydrazone stables détectables par spectroscopie UV. Pour l'échantillonnage, un volume d'air est aspiré à travers la cartouche au moyen d'une pompe à haute précision. Le débit de prélèvement a été fixé à 0,2 L/min pour un volume prélevé de 60 L. Les hydrazones ont été désorbées avec 5 ml d'acétonitrile et analysées par chromatographie HPLC munie d'un système de détection UV. Des standards externes ont été utilisés pour la calibration (6 points). La quantification est basée sur l'aire des pics.

2. Résultats

Les références des échantillons et de leurs analyses sont mentionnées dans le tableau 2.

Tableau 2. Références des échantillons et des analyses

Echantillons	
Vos références & analyses correspondantes	Références Certech
<i>Echantillon reçu le 20/03/2012</i>	
FIX-IN-SL utilisé comme colle	203E040
203E040 Blanc COV 5,2 L	203G125
203E040 Blanc DNPH 56 L	203H046
203E0040 J+29 COV 5,8 L	205G002
203E040 J+29 COV 0,29 L	205G015
203E040 J+29 DNPH 60 L	205H013

2.1. Mesures des émissions de COV

Les résultats à 29 jours sont repris dans le tableau 3. Celui-ci reprend les concentrations des substances identifiées, exprimées en unité de masse par volume ($\mu\text{g}/\text{m}^3$) et les facteurs d'émission surfaciques ($\mu\text{g}/(\text{m}^2\cdot\text{h})$). La concentration de fond (blanc) est soustraite de la concentration d'échantillonnage.

Tableau 3. Analyse des COV de l'échantillon 203E040 après 29 jours

CAS number	analyte	Standard	Conc. J=29 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	qA 29 jours ($\mu\text{g}/(\text{m}^2\cdot\text{h})$)
108-88-3	Toluène	Toluène	< LQ	-
127-18-4	Tetrachloroéthylène	Tetrachloroéthylène	ND	-
1330-20-7	m-, p-, o-, Xylènes	o-xylène	< LQ	-
95-63-6	1,2,4-Triméthylbenzène	1,2,4-Triméthylbenzène	2,4	1,2
106-46-7	1,4-Dichlorobenzène	Toluène	ND	-
100-41-4	Ethylbenzène	Ethylbenzène	< LQ	-
111-76-2	2-Butoxyéthanol	Toluène	ND	-
100-42-5	Styrène	Styrène	< LQ	-
COVT		Toluene	1990	995

ND : Non DéTECTé ; < LQ : < limite de quantification ($0,3 \mu\text{g}/\text{m}^3$)

La recherche de composés de type CMR de catégorie 1 ou 2 présente les résultats suivants :

Tableau 4. Analyse des CMR pour l'échantillon 203E040

CAS N°	Composé	Concentration ($\mu\text{g}/\text{m}^3$) 203E040
79-01-6	trichloroethylene	ND
71-43-2	benzene	< LQ
84-74-2	dibutyl phthalate	ND
117-81-7	diethylhexyl phthalate	ND

ND : Non Détecté ; < LQ : < limite de quantification ($0,3 \mu\text{g}/\text{m}^3$)

2.2. Analyse des composés carbonylés par HPLC

Le tableau 5 résume les résultats obtenus par dérivatisation et analyse subséquente par HPLC après 29 jours. Les concentrations sont exprimées en $\mu\text{g}/\text{m}^3$, les facteurs d'émission surfaciques en $\mu\text{g}/(\text{m}^2.\text{h})$.

Tableau 5. Analyse des composés de type carbonyles de l'échantillon 203E040 par HPLC après 29 jours

N° CAS	Composés carbonylés	29 jours	
		Conc ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	qA ($\mu\text{g}/(\text{m}^2.\text{h})$)
50-00-0	formaldéhyde	< LQ	-
75-07-0	acétaldéhyde	< LQ	-

ND : < limite de détection ($0,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$) ; < LQ : < limite de quantification ($0,3 \mu\text{g}/\text{m}^3$)

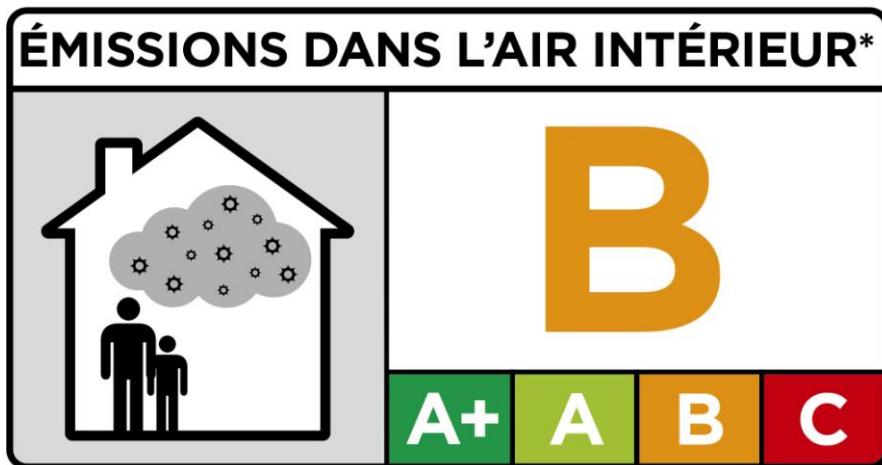
3. Etiquetage du produit selon le Décret Français

Pour rappel, le Décret Français classe les produits et matériaux testés selon les quatre catégories suivantes :

Classes	C	B	A	A+
Formaldéhyde	>120	<120	<60	<10
Acétaldéhyde	>400	<400	<300	<200
Toluène	>600	<600	<450	<300
Tétrachloroéthylène	>500	<500	<350	<250
Xylène	>400	<400	<300	<200
1,2,4-Triméthylbenzène	>2000	<2000	<1500	<1000
1,4-Dichlorobenzène	>120	<120	<90	<60
Éthylbenzène	>1500	<1500	<1000	<750
2-Butoxyéthanol	>2000	<2000	<1500	<1000
Styrene	>500	<500	<350	<250
COVT	>2000	<2000	<1500	<1000

CMR après 28 jours $\leq 1 \mu\text{g}/\text{m}^3$

Dans les conditions de cet essai, le produit FIX-IN-SL utilisé comme colle serait étiqueté :



* Information représentative des émissions dans l'air intérieur des substances volatiles présentant un risqué de toxicité par inhalation, sur une échelle de classe allant de C (fortes émissions) à A+ (très faibles émissions).

Annexe1 : Conditions analytiques

Analyse GC-MS

a) Injecteur GERSTEL TDS-CIS 4 COOLED SYSTEM

L'injection a été réalisée par thermodésorption et piège cryogénique :

b) GC-MS : HP5973 GC SYSTEM

Colonne: ZB624

Méthode utilisée : Sensory4longue

Gaz vecteur : He 6.0

Analyses HPLC

Appareillage

Le système HPLC-PDA consiste en un appareillage HPLC Waters de type Alliance et d'un détecteur à barrette de diodes Waters PDA 996.

Conditions chromatographiques

HPLC	: Waters Alliance 2690
Column	: Waters Symmetry [®] C18
Detector	: Waters PDA 996, $\lambda = 360$ nm
Méthode	: ANA 033