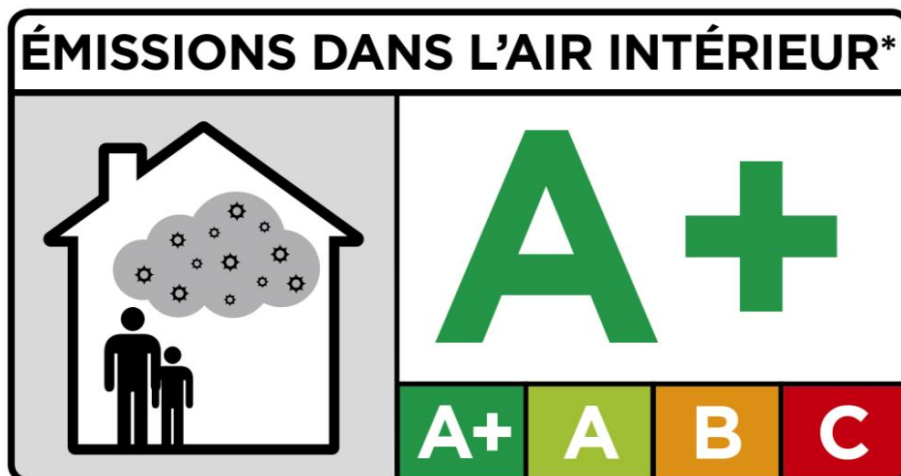


*Rapport n° 12/349*

**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 joint) 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 joint), 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  $\text{m}^2/\text{m}^3$ ), par la relation  $q = n/L$ .

Le scénario d'émission pour une application joint selon la directive française n° 2011-321 est un taux de ventilation spécifique ( $q$ ) de  $70 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ .

L'échantillon a été préparé le 03/04/2012 dans un profilé aluminium.

Tableau 1: Dimensions de l'échantillon

|  |     |
|--|-----|
| Specific airflow rate ( $\text{m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ ) | 70  |
| Area of the sample tested ( $\text{mm}^2$ )                        | 400 |
| Thickness of sealant (mm)  | 6   |

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 régulé 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 2.

**Tableau 2.** Paramètres utilisés pour l'échantillonnage des COV

| Paramètre considéré  | Conditions d'essai   |
|--|--|
| Température (°C)   | 23 ± 2   |
| Humidité relative (%)  | 50 ± 5   |
| Surface d'échantillonnage (m <sup>2</sup> )  | 0,0004   |
| Débit d'air (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> )   | 0,03   |
| Taux de ventilation spécifique (q=<br>n/L) (m <sup>3</sup> .m <sup>-2</sup> .h <sup>-1</sup> ) | 70   |
| Début de l'essai   | 03/04/12   |
| Prélèvements J+29  | 02/05/12   |
| Echantillonnage COV  | cartouche de type Tenax,<br>0,3 et 5 L (100 ml.min <sup>-1</sup> ) |
| Echantillonnage aldéhydes/cétones  | Cartouche de type DNPH<br>60 L (200 ml.min <sup>-1</sup> )         |

#### *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<sup>®</sup> (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 piège 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 DNPHhydrazine 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 3.

**Tableau 3.** Références des échantillons et des analyses

| Echantillons                                 |                    |
|--|--------------------|
| Vos références & analyses correspondantes    | Références Certech |
| <b><i>Echantillon reçu le 20/03/2012</i></b> |                    |
| FIX-IN-SL utilisé comme joint                | 203E040b           |
| 203E040b Blanc COV 4,9 L                     | 203G127            |
| 203E040b Blanc DNPH 51 L                     | 203H048            |
| 203E0040b J+29 COV 6,2 L                     | 205G003            |
| 203E040b J+29 COV 0,32 L                     | 205G016            |
| 203E040b J+29 DNPH 62 L                      | 205H014            |

### 2.1. Mesures des émissions de COV

Les résultats à 29 jours sont repris dans le tableau 4. 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 ( $\mu\text{g}/(\text{m}^2.\text{h})$ ). La concentration de fond (blanc) est soustraite de la concentration d'échantillonnage.

**Tableau 4.** Analyse des COV de l'échantillon 203E040b après 29 jours

| CAS number  | analyte                | Standard               | Conc. J=29 ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) | qA 29 jours ( $\mu\text{g}/(\text{m}^2.\text{h})$ ) |
|-------------|------------------------|------------------------|---|---|
| 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 | < LQ                                    | -   |
| 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                                    | -   |
| <b>COVT</b> |                        | <b>Toluene</b>         | <b>242</b>                              | <b>121</b>  |

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 5.** Analyse des CMR pour l'échantillon 203E040b

| CAS N°   | Composé               | Concentration (µg/m³)<br>203E040b |
|----------|-----------------------|-----------------------------------|
| 79-01-6  | trichloroethylene     | ND                                |
| 71-43-2  | benzene               | < LQ                              |
| 84-74-2  | dibutyl phtalate      | ND                                |
| 117-81-7 | diethylhexyl phtalate | ND                                |

ND : Non Détecté ; < LQ : < limite de quantification (0,3 µg/m³)

## 2.2. Analyse des composés carbonylés par HPLC

Le tableau 6 résume les résultats obtenus par dérivation et analyse subséquente par HPLC après 29 jours. Les concentrations sont exprimées en µg/m³, les facteurs d'émission surfaciques en µg/(m².h).

**Tableau 6.** Analyse des composés de type carbonyles de l'échantillon 203E040b par HPLC après 29 jours

| N° CAS  | Composés carbonylés | 29 jours     |                |
|---------|---------------------|--------------|----------------|
|         |                     | Conc (µg/m³) | qA (µg/(m².h)) |
| 50-00-0 | formaldéhyde        | ND           | -              |
| 75-07-0 | acétaldéhyde        | <LQ          | -              |

ND : < limite de détection (0,1 µg/m³) ; < LQ : < limite de quantification (0,3 µg/m³)

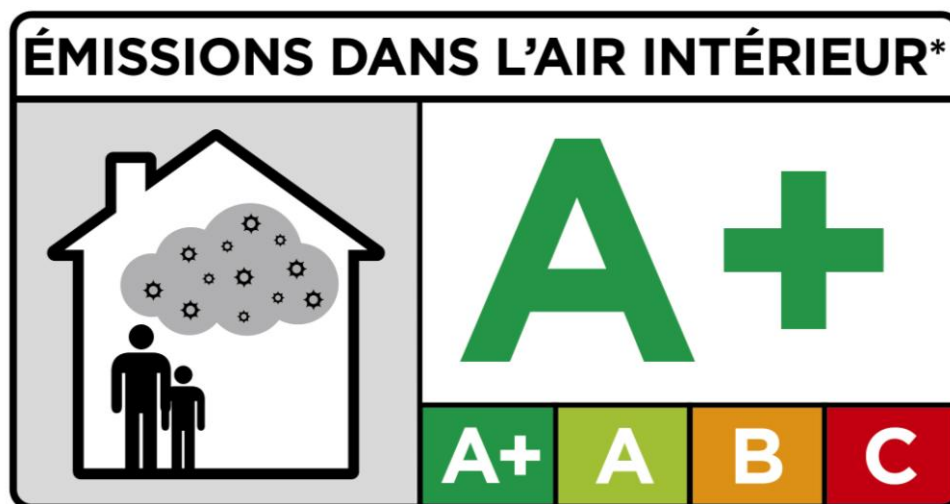
## 3. Etiquetage du produit selon le Décret Français

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 |
| Styrène                | >500  | <500  | <350  | <250  |
| COVT                   | >2000 | <2000 | <1500 | <1000 |

CMR après 28 jours ≤1 µg/m³

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



\* 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).

## **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 <sup>®</sup> C18   |
| Detector | : Waters PDA 996, $\lambda = 360$ nm |
| Méthode  | : ANA 033                            |