

ATMOSPHERES DES ATELIERS PRELEVEMENT ET DOSAGE DU CHLORURE DE VINYLE MONOMERE

Page 1/10

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet de décrire le mode opératoire permettant de déterminer, dans le cadre de la pollution atmosphérique, les teneurs en chlorure de vinyle monomère présent dans les ateliers de fabrication, de transformation ou de manutention du chlorure de polyvinyle.

2.PRINCIPE

Une certaine quantité d'air est prélevée par pompage dans l'atelier.

Le chlorure de vinyle est piégé, par barbotage, dans du disulfure de carbone fortement refroidi en dessous de - 70 °C.

L'analyse du prélèvement s'effectue par chromatographie en phase gazeuse, par la méthode de l'étalon interne.

3.APPAREILLAGE

3.1.POUR LE PRELEVEMENT

(voir schéma 1 en annexe 1).

3.1.1.UN BLOC DE BARBOTAGE

(schéma 2 en annexe 1) comprenant :

- un caisson isolant en polystyrène expansé,
- deux cuves en tôle galvanisée ou inox, communiquant entre elles, logées dans le caisson, destinées à contenir le fluide cryogénique (azote liquide),
- quatre tubes de barbotage (schéma 3 en annexe 1) avec double enveloppe, tube plongeur, isolation polystyrène et bouchons rodés,
- des tubes en verre formés à la demande, pour le raccordement des divers éléments à l'aide de tuyaux souples en caoutchouc silicone.

3.1.2.UN THERMOMETRE NUMERIQUE

avec sonde plongeant dans le solvant de barbotage du premier piège et permettant des mesures de - 100 °C à + 30 °C, à 1 °C près.

3.1.3.UN RECIPIENT DE STOCKAGE DU FLUIDE CRYOGENIQUE

3.1.4.UN COMPTEUR A GAZ

3.1.5.UNE POMPE A MEMBRANE

(par exemple : pompe KNF - NEUBERGER type N 035.1.2.ST 18).

3.1.6.UNE CANNE A PRELEVEMENT

(ou un tube en cuivre).

3.1.7.UN ROBINET A POINTEAU

3.1.8.DES TUYAUX EN CAOUTCHOUC SILICONE POUR RACCORDEMENT**3.1.9.DES PINCES A VIS ET DES BOUCHONS****3.2.POUR L'ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE****3.2.1.CHROMATOGRAPHE EN PHASE GAZEUSE**

muni d'un détecteur à ionisation de flamme (ou à catharomètre).

3.2.2.COLONNE

Longueur 4 mètres, diamètre extérieur 3,18 mm (1/8"), diamètre intérieur 2,10 mm.

Remplissage : 0,1 % SP 1000 Carbopack C, 80/100 mesh.

3.2.3.ENREGISTREUR EVENTUELLEMENT COUPLE A UN CALCULATEUR**3.2.4.BALANCE DE PRECISION**

au 1/10 mg.

3.2.5.ERLENMEYERS RODES

de 10 à 50 ml.

3.2.6.FLACONS SPECIAUX

munis d'un bouchon-septum vissé de 5 ml (par exemple : systèmes muni-vials - INTERCHIM).

3.2.7.SERINGUE

de 1 µl (ionisation) ou de 10 µl (catharomètre) et seringue de 5 à 10 ml.

4.PRODUITS**4.1.SOLVANT DE BARBOTAGE : DISULFURE DE CARBONE**

pour analyses.

4.2.AZOTE LIQUIDE**4.3.CHLORURE DE VINYLE EN BOUTEILLE**

(par exemple : réf. 823238 ou 823239 - MERCK).

4.4.METHYLETHYLCEtone

pour analyses.

4.5.CARBOGLACE

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PRELEVEMENT

- Effectuer le montage de l'ensemble du bloc de barbotage suivant le schéma 2 en annexe 1.
- Introduire 25 à 30 ml de disulfure de carbone dans les trois premiers tubes à barbotage. Le tube 4, côté sortie vers la pompe, reste vide : il permet de contrôler la bonne marche de l'opération.
- Réaliser le montage du dispositif, suivant le schéma 1 en annexe 1, sur les lieux du prélèvement.
- Verser de l'azote liquide dans les cuves du bloc de barbotage afin de refroidir le solvant de piégeage.
- Attendre que la température atteigne - 70 °C avant de mettre la pompe en marche.
- Régler le débit vers 150 l/h (2,5 l/min).
- La température doit se stabiliser entre - 70 °C et - 90 °C, ce qui optimise les conditions opératoires. Pour cela, on rajoute de temps à autre de l'azote liquide.
- Prélever environ 250 litres d'air.
- En fin de prélèvement, arrêter la pompe, isoler l'ensemble des tubes de barbotage, par des pinces à vis ou des bouchons et le sortir non désassemblé du caisson.
- Laisser à la température ambiante et dès que la glace, généralement présente dans le piège 1, est fondue, procéder sans attendre à la récupération des prélèvements (paragraphe 5.2).

Remarque :

Il est indispensable d'évacuer le plus loin possible du personnel, si possible à l'extérieur, l'air sortant de la pompe pollué par du disulfure de carbone, essentiellement au moment de la mise en route du prélèvement.

5.2.CONDITIONNEMENT DES PRELEVEMENTS

- Recueillir le contenu du tube 1 dans un flacon spécial à bouchon vissé (3.2.6) ou à défaut un erlenmeyer, préalablement taré.
- Peser. Soit P_1 le poids en mg du prélèvement 1.
- Opérer de même avec les 3 autres tubes : soient P_2 , P_3 et P_4 .
- Le tube P_4 contient généralement un peu de solvant de piégeage.
- Conserver les prélèvements au froid.

5.3.ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE

(voir chromatogramme-type en annexe 2).

5.3.1.CONDITIONS DE TRAVAIL

- Température du four : isotherme à 120 °C.
- Température du bloc d'injection : 150 °C.
- Gaz vecteur : azote, 20 ml/min.
- Etalon interne : méthyléthylcétone.