

*Projet de Physique P6*  
*STPI/P6/2015 – 37*

Détection des composés organiques volatils lors du séchage  
d'une peinture à l'aide d'un détecteur portatif



**Etudiants :**

**Fanny TASTET**

**Lauréline MORIN**

**Alexandre PIQUENOT**

**Salomé LEROUX**

**Zha JIERUI**

**Xin WEN**

**Enseignant-responsable du projet :**

**Isabelle DELAROCHE**



Date de remise du rapport : **15/06/15**

Référence du projet : **STPI/P6/2015– 37**

Intitulé du projet : **Détection des composés organiques volatils lors du séchage d'une peinture à l'aide d'un détecteur portatif**

Type de projet : ***bibliographique et expérimental***

Objectifs du projet: ***Le projet consiste en la détection et la quantification des composés organiques volatils (COV) lors du séchage d'une peinture par un détecteur portatif. Il s'agit ainsi d'étudier dans un premier temps la nature COV puis de comprendre l'influence de certains paramètres (température, humidité, flux d'air) sur leurs taux d'émission.***

Mots-clefs du projet : ***peinture, composés organiques volatils (COV), détecteur portatif***

Si existant, n° cahier de laboratoire associé : **xxx**

## Remerciements

Nous aimerions remercier toutes les personnes qui nous ont apporté leur aide durant ce projet.

Nous tenons tout d'abord à remercier l'INSA pour nous avoir donné l'opportunité de réaliser ce projet. Il nous a permis d'avoir un aperçu du travail en laboratoire et de mieux appréhender le département CP, que nous voulons pour la plupart intégrer.

Nous aimerions remercier tout particulièrement Mme Isabelle DELAROCHE, enseignante responsable de notre projet P6, qui nous a accompagnée dans notre travail, qui a su se montrer disponible et nous orienter au mieux dans nos recherches.

Nous voudrions également remercier l'ensemble du personnel du laboratoire qui nous a assisté durant nos manipulations, et tout particulièrement M. Jean-pierre HEBERT, qui nous a gentiment consacré du temps pour nous expliquer le fonctionnement de son enceinte climatique.

Enfin, nous souhaiterions aussi remercier M. Alain HERLIN, peintre de l'INSA, qui nous a fourni le matériel nécessaire à la réalisation de nos expériences.

# Sommaire

## Contenu

Introduction .....	6
1) Méthodologie et organisation du travail .....	7
1.1) Répartition du travail au sein du groupe .....	7
1.2) Les expériences .....	8
1.3) La communication .....	8
2) Partie bibliographique.....	9
2.1) COV : définition, réglementation et dangerosité.....	9
2.2) Composition des peintures et COV.....	10
2.3) Outils .....	14
2.3.1) Le détecteur portatif .....	14
2.3.2) La CPG-masse.....	15
3) Travail réalisé et résultats .....	17
3.1) Détection des solvants par CPG-masse.....	17
3.2) Détection COV : manipulations et exploitations de résultats .....	18
3.2.1) Sorbonne.....	19
3.2.2) Boite en plexiglas .....	20
3.2.3) Enceinte climatique.....	21
3.2.4) Boite en carton.....	24
3.2.5) Protocole retenu .....	29
4) Conclusions et perspectives .....	30
5) Bibliographie .....	32
6) Annexes.....	34
6.1) COV : réglementation et dangerosité .....	34
6.1.1) Dangerosité.....	34
6.1.2) Réglementation.....	37
6.2) Protocoles de base .....	39
6.3) Détecteur portatif.....	40
6.3.1) Fonctionnement d'un détecteur à photo-ionisation .....	40
6.3.2) Tableau des potentiels d'ionisation.....	40
6.3.3) Facteurs correctifs détecteur portatif .....	41
6.3.4) Méthodes de détection de COV .....	42
6.4) CPG-masse.....	44
6.4.1) Protocole de détection de COV par CPG-masse .....	44
6.4.2) CPG-masse Saturne 2100T .....	44
6.4.3) Cyclohexane peinture foncée.....	45
6.4.4) Cyclohexane peinture orange.....	46
6.5) Protocole 1 : Sorbonne.....	46
6.6) Protocole 2 : Boite en plexiglas.....	47
6.7) Protocole 3 : Enceinte climatique .....	48
6.8) Protocole 4 : Boite en carton arrivée d'air.....	49
6.9) Boite en carton sèche-cheveux.....	50

## Introduction

---

Aujourd'hui, dans les pays occidentaux, nous passons entre 70 % et 90 % de notre temps dans des espaces clos. Or l'air que nous y respirons est pollué. Cette pollution est en partie due aux émissions de Composés Organiques Volatils (COV), présents particulièrement dans les peintures et dans de nombreux produits utilisés dans l'industrie. Les produits contenant des COV sont de plus en plus montrés du doigt, car ils sont potentiellement néfastes pour la santé humaine. Il est donc nécessaire de contrôler la teneur en COV de l'air. Notre projet a donc consisté en la quantification des COV lors de séchage de peinture à l'aide d'un détecteur portatif récemment acquis par l'INSA.

Nous avons cherché, à travers ce projet, à mettre en évidence les modifications des émissions de COV dans différentes conditions de température, d'humidité, et de ventilations, pouvant reproduire des conditions réelles. Pour cela, nous avons imaginé différentes expériences visant à comparer les taux de COV durant le séchage des peintures, qui ont évolué tout au long de notre projet, afin de les optimiser. Nous avons aussi cherché à déterminer la nature de ces COV en recherchant les composants principaux de chaque peinture, ce qui nous a permis d'effectuer des recherches sur leur dangerosité.

Ce projet nous a permis de travailler en groupe : il a fallu mettre en avant les compétences de chacun afin de faciliter et d'organiser le travail. Dans un projet, le partage des tâches est primordial, c'est pourquoi nous avons choisi de débiter notre rapport en le détaillant. Nous parlerons ensuite de la formulation des peintures, avant d'expliquer le cheminement expérimental effectué au cours de notre projet. Enfin, nous pourrions dresser un bilan de notre travail, que ce soit expérimentalement, ou humainement.

## 1) Méthodologie et organisation du travail

---

Afin de travailler le plus efficacement possible et pour optimiser notre temps, nous nous sommes réparti le travail. Chacun s'est vu attribuer au début du projet un rôle, que nous avons essayé de respecter au maximum.

### 1.1) Répartition du travail au sein du groupe

---

Dès la première séance nous avons donc réparti les rôles de la manière suivante :

- Fanny s'est proposée pour être le référent protocole. Pendant toute la durée du projet elle s'est chargée de mettre au propre sur ordinateur et de façon claire les idées de protocoles ainsi que les schémas imaginés par les membres du groupe.
- Xin s'est désignée pour être responsable du détecteur portatif. Son rôle était de comprendre comment le détecteur fonctionnait afin de l'expliquer à l'ensemble du groupe. Elle s'est aussi chargée d'installer le logiciel pour extraire les mesures faites par le détecteur afin de les analyser par la suite.
- Salomé s'est proposée pour être le chef de projet. Durant le projet, elle a eu pour rôle de nous motiver et de nous orienter vers les tâches à effectuer afin de ne pas perdre de temps et d'avancer le plus efficacement possible dans notre travail.
- Alexandre a été nommé secrétaire. Son rôle était de faire le compte rendu de chaque séance, en indiquant le travail effectué par chaque personne, les expériences réalisées et les conclusions des expériences et le travail à effectuer pour la séance suivante. Cependant, le compte rendu était souvent complété par les autres membres du groupe. En effet, Alexandre ne pouvant pas à chaque fois faire toutes les expériences, il était plus pratique qu'un des membres du groupe ayant fait l'expérience fasse le compte rendu de l'expérience ainsi que les résultats obtenus.
- Lauréline s'est proposée pour être le référent qualité. Elle s'est occupée du cahier de labo. Chaque semaine, elle a noté dans le cahier les expériences réalisées ainsi que les résultats obtenus. Les idées concernant les prochaines expériences (améliorations par exemple) y étaient également consignées. Lauréline a également créé une mise en page type pour les comptes rendus hebdomadaires.
- Jierui s'est proposé pour être le référent outil statistique. Il a eu le rôle d'analyser sur ordinateur les résultats obtenus grâce au détecteur et de faire des courbes que nous avons par la suite interprétées.

## 1.2) Les expériences

---

La préparation pour les expériences était faite par les membres qui allaient faire l'expérience. En effet, nos travaux pratiques nécessitaient peu de préparation (juste peser la quantité de peinture appliquée sur une plaque de placo) et se faisaient quelques secondes avant les expériences. Les personnes ayant fait les expériences consignaient leurs remarques et les données de l'expérience dans le carnet de laboratoire afin que le reste du groupe puisse suivre et comprendre l'avancement du projet et des expériences. Chaque membre du groupe a pu manipuler et faire les expériences.

Pour réaliser les expériences nécessaires à l'avancement de notre projet, il a fallu venir au laboratoire en dehors des heures prévu pour le projet. Il a donc fallu trouver dans notre emploi du temps plusieurs créneaux ou plusieurs membres du groupe étaient libres pour effectuer les expériences en plus du vendredi matin. Les créneaux supplémentaires trouvés ont été :

- Le jeudi après-midi à partir de 14h.
- Le lundi après-midi à partir de 13h15 dans un premier temps puis à partir de 16h30 ensuite.

Nous avons également dû nous adapter à la disponibilité de certains appareils peu disponible. Nous sommes donc venus en plus des créneaux ci-dessus pour utiliser ces machines (enceinte climatique principalement).

Ainsi chaque personne a pu venir en dehors du créneau du vendredi matin pour effectuer les manipulations.

## 1.3) La communication

---

- **Au sein du groupe**

La communication est un élément clef dans le travail en groupe, il a donc été primordial de bien communiquer dès le départ. Il n'y a pas eu de problèmes de communication au sein du groupe. La création d'un groupe Facebook a largement contribué à la bonne communication. En effet, chaque semaine, le compte rendu de la séance était partagé sur le groupe afin que chacun relise le travail fait et rajoute des choses s'il y avait besoin. Ensuite une personne se chargeait de l'envoyer à notre responsable de projet. Il en a été de même pour la constitution du dossier. Nous nous étions partagé les parties préalablement et chacun mettait sa partie sur le groupe Facebook afin que chaque membre relise, corrige les fautes d'orthographe et donne son avis.

Cependant, il a eu parfois eu des problèmes de communications avec les étudiants étrangers. En effet, il était parfois assez difficile pour eux de comprendre certains termes techniques que nous utilisions. Mais avec de la patience et de nombreuses reformulations nous avons réussi à surmonter ce problème.

- **Communication avec le personnel de l'INSA**



En plus de communiquer entre nous il nous a fallu communiquer avec les membres de l'INSA et principalement Mme Delaroche. En effet, pour l'avancée de notre projet il était primordial de lui faire part de nos avancées afin qu'elle nous aiguille. Nous avons donc communiqué par mail, afin d'échanger nos idées et d'envoyer des documents. Nous avons également dû entrer en contact avec les laborantines quand nous avons besoin des laboratoires en dehors des heures prévues à cet effet et quand nous avons besoin de matériel spécifique.

De plus, dans le cadre de nos expériences nous avons dû utiliser une machine industrielle. Pour cela il a fallu qu'on se mette en relation avec Mr. Hebert afin de d'avoir les disponibilités de la machine.

## 2) Partie bibliographique

Notre projet consiste à détecter les composés organiques volatils émis lors du séchage d'une peinture à l'aide d'un détecteur portatif. Notre travail a été dans un premier temps d'obtenir des informations sur la composition des peintures et la nature des COV.

### 2.1) COV : définition, réglementation et dangerosité

D'après les considérations du ministère de l'écologie, du développement durable et de l'énergie, les composés organiques volatils (COV) « constituent une famille de produits très large comme le benzène, l'acétone, le perchloroéthylène... qui se trouvent à l'état de gaz ou s'évaporent facilement dans les conditions classiques de température et de pression lors de leur utilisation (293,15 K et 0,01 kPa). »

L'union européenne définit un COV dans l'article 2 de la directive du 21 avril 2004 comme « tout composé organique dont le point d'ébullition initial, mesuré à la pression standard de 101,3 kPa, est inférieur ou égal à 250 °C. »

Les COV ont deux origines :

- La nature, responsable de 90% des émissions de COV à l'échelle planétaire
- L'activité humaine et principalement l'industrie (solvants pour colles, peintures)

#### ➤ Dangerosité des COV

A travers ce projet, nous avons vu que les COV étaient utilisés comme solvants dans les peintures. Mais ils sont aussi utilisés dans des colles, vernis, encres, utilisés dans l'industrie ou par les particuliers.

Après avoir mis en évidence leur présence, nous avons donc décidé de nous interroger sur leur dangerosité. Nous avons donc effectuée une recherche documentaire générale sur la dangerosité des COV, ainsi que sur les normes mises en place afin de protéger les hommes et l'environnement, avant de nous concentrer sur les solvants de nos différentes peintures, afin de déterminer, à titre d'exemple, si nous avons été exposés à un quelconque danger durant ce projet. (*Annexe 6.1.1*).

## ➤ Réglementation COV

Face aux dangers que peuvent constituer les COV, nous nous sommes également intéressés à la réglementation en matière d'émission et de teneur maximale. (Annexe 6.1.2).

## 2.2) Composition des peintures et COV

---

La peinture est un produit filmogène utilisé à la fois comme revêtement de surface et comme matière d'art. Les peintures peuvent être classées dans deux grandes familles si on considère les liants qui les composent :

- Les peintures solvantées, à l'huile ou à la glycérine
- Les peintures à l'eau, qui peuvent être hydrosolubles (liants solubles dans l'eau) ou hydrodiluable (liants insolubles).

Malgré les différences de composition liées essentiellement à son utilisation, la peinture comprend de manière générale les constituants suivants :

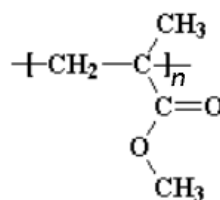


- 30 % de liants (résines)
- 25% de charges
- 20% de pigments (poudre, minéraux)
- 20% de solvants, y compris l'eau
- 5% d'additifs (stabilité et fabrication)

### • Liants (résines)

Les liants constituent la partie non volatile de la phase liquide des peintures. Ce sont des constituants indispensables de la peinture car ils permettent de relier les particules de pigments entre elles et avec le support sous-jacent. Il s'agit en quelque sorte d'une colle qui forme un film continu lors du séchage. On retrouve généralement les liants sous forme de résines dans les peintures. Ces résines sont la plupart du temps des résines thermodurcissables alkydes, polyesters tridimensionnels saturés. Les caractéristiques de choix importantes des résines sont leur résistance au vieillissement et leur temps de séchage. On retrouve dans les peintures les résines suivantes :

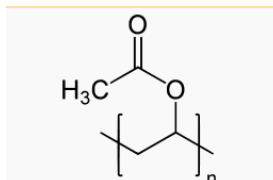
- Acryliques : sous forme de polymères en solution dans un mélange solvant ou de monomères jouant le rôle de solvant



*Exemple* : polyméthacrylate de méthyle

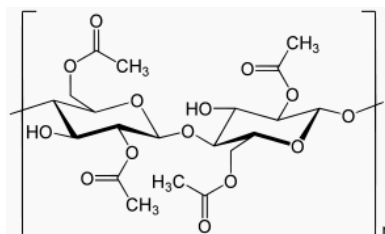
- Vinyliques : polyacétate de vinyle, copolymères de chlorure de vinyle ...

*Exemple* : polyacétate de vinyle



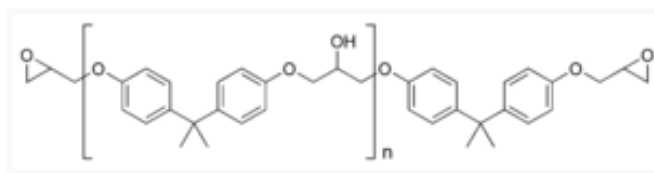
- Cellulosiques : acétate de cellulose, propionate de cellulose ...

*Exemple* : acétate de cellulose



- Alkydes : polyesters
- Epoxydiques : polyepoxydes

*Exemple* : polyepoxyde



- Charges

Dans une peinture, la charge est la partie matière sèche Elle apporte de la matière à la couleur et son rôle principal est d'abaisser le prix de la peinture car les pigments seuls ont un prix très important. Cependant, les charges peuvent aussi modifier certaines caractéristiques de la peinture. Ce sont des solides d'origine principalement minérale, de couleur blanche et insolubles dans le milieu de dispersion. Il peut s'agir de sulfates (Barytine), de carbonates (carbonate de calcium), d'oxydes (silice) ou encore de silicates (Talc, silicate de calcium).

- Pigments

Les pigments sont des particules solides très fines, minérales ou organiques, qui sont insolubles dans le milieu de dispersion. Ils sont responsables de l'opacité et de la couleur des peintures. On les classe comme suit :

- Pigments minéraux. Pour le blanc, le bleu et le vert, on retrouve les composés suivants :

NOM	FORMULE	N° CAS
<b>■ Blanc</b>		
Oxyde de titane	(TiO <sub>2</sub> )	13463-67-7
Lithopone	(BaSO <sub>4</sub> , ZnS)	1345-05-7
Oxyde de zinc	(ZnO)	1314-13-2
<b>■ Bleu</b>		
Bleu outremer	(silicate Al et Na polysulfuré)	57455-37-5
Ferrocyanure ferrique (ou Bleu de Prusse)	(FeNH <sub>2</sub> Fe(CN) <sub>6</sub> )	14038-43-8
Bleu de cobalt	(CoO) <sub>m</sub> (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) <sub>n</sub>	1345-16-0
<b>■ Vert</b>		
Oxyde de chrome	(Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	1308-38-9
Oxyde de chrome hydraté	(CrO(OH))	12001-99-9
Vert de chrome	(jaune de chrome + ferrocyanure ferrique)	/
Vert de cobalt	(Co,Ni,Zn) <sub>2</sub> TiO <sub>4</sub>	/

- Pigments organiques : dérivés du phtalocyanine pour le bleu, noir de carbone, pigments de dioxazine pour le violet ...

- Solvants

Les solvants sont différents selon le type de peinture considéré. La moitié des peintures sont encore aujourd'hui des peintures en solvant (toluène, benzène, white spirit) et l'autre moitié des peintures en phase aqueuse et des peintures en poudre.

Dans les peintures en phase aqueuse, le solvant est l'eau mais d'autres constituants sont généralement présents, comme les agents de coalescence ou les co-solvants, qui sont utilisés pour aider à la formation du film de peinture.

Il existe cependant 2 types de peintures à l'eau :

- Hydrosolubles. Le liant est soluble dans l'eau.
- Hydrodiluable. Le liant est insoluble et existe sous forme de micro-gouttelettes

Les peintures hydrosolubles peuvent contenir des co-solvants aux nombreuses fonctions :

- Faciliter la solubilisation du liant
- Réduire la viscosité
- Adapter la peinture à l'application souhaitée
- Assurer une bonne formation du film

Il peut d'agir d'hydrocarbures comme le Xylène, d'esters, d'alcools comme l'éthanol, de diols ou de dérivés de glycols.

Les peintures hydrodiluable peuvent contenir des agents de coalescence qui ont pour but principal d'abaisser la température de formation du film. Ces agents sont en général des hydrocarbures et des dérivés de glycol.

- Additifs

Les peintures contiennent enfin de nombreux additifs qui leur confèrent de nombreuses propriétés. On peut citer :

- Stabilisateur pH pour éviter une déstabilisation due à une arrivée d'acide ou de base
- Agents rhéologiques qui favorisent l'application de peinture en forte épaisseur
- Agents dispersants qui permettent la dispersion des charges et des pigments
- Agents anti-bulles
- Catalyseurs de séchage qui accélèrent le durcissement de certains liants
- Agents anti-peaux qui empêchent le séchage prématuré dans le pot
- Agents de matité qui rendent un aspect mat ou satiné à la peinture
- Agents anti-UV, anti-rayures, anti-mousse ...

Les peintures sont donc toutes constituées des différents composants décrits ci-dessus mais ont des spécificités qui permettent de les classer comme peinture naturelle ou synthétique. En voici la synthèse complète :

	Peinture synthétique		Peinture naturelle (peinture minérale, peinture à la chaux, peinture à la caséine, peinture chaux/caséine, badigeon suédois,...)	
	En phase solvant (Peinture alkyde, peinture alkyde 'High solid')	En phase aqueuse (Peinture acrylique/ peinture vinyle, peinture latex)	En phase solvant	En phase aqueuse
liant	Résine alkyde	Résine acrylique/ résine vinyle	Résines naturelles, huiles (e.a. huile de lin, huile de bois), liants minéraux (e.a. chaux, chaux-caséine, argile)	
solvant	Solvant organique (MVS)(souvent white spirit)	Eau et 5-10% solvant organique (MVS)	Essence de térébenthine ou huile citrus	Eau
pigments	D'origine organique (pétrochimique) ou minérale		D'origine organique (végétal ou animal) ou minéral	
additifs	Souvent des produits toxiques pour traiter rouille, moisissures, pouritures, etc. Siccatis	Souvent des produits toxiques pour traiter rouille, moisissures, pouritures, Siccatis, Addition supplémentaire de conservateurs toxiques	Si possible à base de matières premières renouvelables. Ex. huile étherique comme conservateur Pas d'addition de fongicide ou anti-rouille	

\* MVS : Matière Volatile Sèche

## 2.3) Outils

---

Au cours de notre projet, nous avons été amenés à utiliser de nombreuses machines présentes au laboratoire afin de mener à bien nos expériences. Nous avons principalement utilisé le détecteur portatif pour toutes nos expériences mais aussi une CPG-masse, dont nous allons expliquer le fonctionnement.

Les méthodes de mesures des COV sont diverses et variées et permettent une précision plus ou moins grande.

Parmi ces méthodes on trouve des méthodes manuelles telles que le barbotage qui consiste à piéger les composés gazeux dans une phase liquide. On trouve aussi ce qui s'appelle le piégage Cette méthode consiste ici à piéger les composés désirés sur un support solide avec désorption chimique ou thermique, c'est à dire que l'on va briser les liaisons ioniques entre les ions (ou les molécules) et le substrat. Ces échantillons seront ensuite analysés à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse ou liquide.

Les méthodes automatiques de mesure de COV requièrent quant à elles des machines souvent très coûteuses. On peut par exemple utiliser un analyseur FID (utilisé pour un effluent qui ne comporte qu'un COV), mais aussi un couplage  $\mu$ GC/TCD/MS (utilisation d'une analyse semi-continue) ou encore un analyseur infrarouge à transformée de Fourier. Notre détecteur constitue aussi une méthode automatique de mesure de COV.

L'avantage de ces méthodes est qu'elles permettent un suivi en temps réel des émissions de COV.

### 2.3.1) Le détecteur portatif

---



Il s'agit d'un détecteur portatif pour les composés organiques Volatiles (COV) à cellule type photo-ionisation (PID) (Annexe 6.3.1). Ce type de détecteur mesure et analyse des COV dans l'air ambiant. Il ne marche donc qu'avec des composés organiques et pas avec des molécules telles que l'ammoniac qui sont pourtant très dangereuses. En effet, l'intérêt premier d'un tel détecteur est la protection d'un milieu et la prévention contre tout risque d'intoxication, d'irritations, d'effets mutagènes ou cancérogènes, c'est-à-dire tous les risques liés aux émissions des différents COV. Il est donc nécessaire qu'un tel appareil soit fiable et précis, c'est pourquoi il doit être vérifié annuellement afin qu'il soit ré-étalonné. Son aspect portatif lui permet de mesurer les COV dans tout type d'endroits et donc de pouvoir travailler en sécurité même dans les endroits les plus confinés.

Le détecteur que nous avons utilisé est le détecteur Gasalert Micro 5 (photo ci-contre).

Notre détecteur est composé de trois cellules distinctes. La première cellule est la cellule d'explosimétrie. C'est une cellule type 4P90. Cette cellule ne fonctionne que si le pourcentage d'oxygène

dans l'air est supérieur à 16 %. Elle mesure la présence de COV en%LIE (limite d'explosivité) méthane.

Elle est donc utilisée pour la mesure de grandes concentrations en COV.

La deuxième cellule constitue l'oximètre. Il s'agit en fait d'un détecteur très sensible au dioxygène. La durée de vie d'une telle cellule n'est que de 2 ans. Enfin, la dernière cellule est celle qui nous intéresse le plus puisque c'est celle qui a été sollicitée le plus durant nos expériences. Cette cellule a pour fonction la protection contre la toxicité. Elle mesure des concentrations en ppm. Cette cellule constitue en fait une sonde PID (photo ionisation detector). Cette sonde utilise une source de lumière ultraviolette (UV) afin d'ioniser les COV présents dans l'air. Le gaz entre donc dans l'instrument dans un premier temps et devient ionisé en passant par la lampe UV comme expliqué précédemment. Ensuite, Les ions du gaz sont acheminés vers les plaques chargées de la cellule et un courant est généré. Finalement le courant est mesuré et la concentration en ppm (partie par million) s'affiche. En général, un détecteur contient plusieurs lampes, chaque lampe ayant un potentiel d'ionisation de sortie propre. Par exemple, la valeur du PI de sortie de la lampe au xénon est de 9,6 eV, alors que celle de la lampe au krypton est de 10,6 eV. Dans notre cas, le détecteur portatif ne contient qu'une lampe au xénon.

Le détecteur à photo-ionisation peut seulement détecter le gaz si le potentiel d'ionisation (PI) (en eV), qui mesure la force de la liaison d'un gaz, est inférieur à celui de sortie de la lampe (soit 10,6 eV ici). Par exemple, le PI du monoxyde de carbone est de 14,01 eV, il ne peut donc pas être mesuré par la lampe au xénon. Notre détecteur n'est donc pas capable de mesurer la teneur en COV de composés tel que le monoxyde de carbone. Bien que l'intensité d'une lampe puisse varier d'une lampe à une autre ou au fil du temps, influant ainsi sur la mesure absolue des COV, l'énergie de ionisation est toujours la même avec une lampe donnée (*Annexe 6.3.2*).

En connaissant la nature du COV que l'on mesure on peut réussir à le quantifier. En effet, la concentration s'affichant sur le détecteur ne correspond pas à la concentration réelle du COV, elle correspond à une concentration pour un équivalent isobutylène. C'est à dire que cet appareil fait comme si le composé mesuré était l'isobutylène. Pour avoir la concentration réelle d'un COV donné il faut donc appliqué un facteur correctif (FC) au résultat affiché par le détecteur. Ce facteur dépend évidemment de la nature du COV (*Annexe 6.3.3*).

Il faut donc savoir quel COV on cherche à quantifier avant d'utiliser cet appareil.

Il existe cependant d'autres moyens pour quantifier les émissions de COV. (*Annexe 6.3.4*)

### 2.3.2) La CPG-masse

---

Une des principales méthodes utilisées pour la détection de COV est la chromatographie en phase gazeuse, on l'appelle aussi CPG.

La chromatographie en phase gazeuse permet la séparation des molécules d'un mélange par chauffage pour en repérer les différents constituants.

Les principaux éléments constituant un CPG sont :

- Un four dont la température est réglable.
- Un système d'injection qui sert à faire entrer le produit à analyser ainsi que de le rendre volatil.
- Une colonne qui permet la séparation des constituants de l'échantillon.
- Un système de détection qui permet de repérer les différentes molécules et de les quantifier.
- Un système de détendeur-régulateur afin de réguler le gaz vecteur.

Tout d'abord on place l'échantillon à analyser, c'est à dire un liquide volatil ou gaz dans notre cas, en tête de colonne grâce à une micro-seringue. Cette seringue va d'abord traverser une pastille souple, le septum puis atterrir dans une petite chambre appelée l'injecteur. Cet injecteur est traversé par un gaz porteur (autrement appelé gaz vecteur) et élevé à une température choisie en fonction de la volatilité de l'échantillon. Ce gaz porteur est une phase mobile qui est en général un gaz à faible viscosité. De plus, il doit être inerte vis à vis des solutés et de la phase stationnaire que l'on définira plus tard. On emploie donc principalement l'hélium, l'hydrogène, l'azote ou l'argon.

Une fois vaporisés à l'entrée de la colonne contenant la phase stationnaire, les composés volatils de l'échantillon sont emportés à travers cette phase stationnaire via le gaz porteur. La phase stationnaire peut être une substance active solide absorbante (chromatographie gaz-solide) ou un liquide non volatil (chromatographie gaz-liquide). C'est la phase stationnaire qui permet alors la séparation des éléments volatils en fonction de leur affinité avec cette dernière. Une fois séparées, les molécules du mélange vont sortir de la colonne les unes après les autres. En effet, plus un élément a d'affinité avec la phase stationnaire et plus il prend du temps pour sortir de la colonne de chromatographie. C'est le phénomène de rétention chromatographique. Chaque molécule sort donc au bout d'une période donnée que l'on appelle le temps de rétention. Ce temps de rétention permet alors d'identifier chaque molécule.

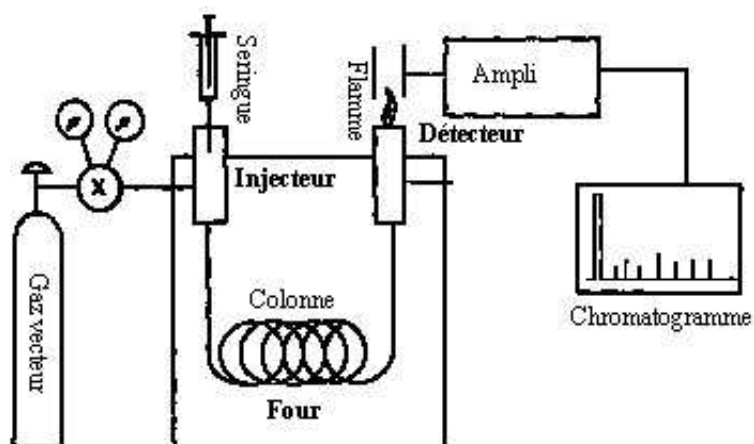
Afin d'optimiser au maximum l'expérience, il faut choisir la bonne température du four. En général on choisit une température légèrement supérieure à la température d'ébullition des composés afin qu'ils ne sortent pas trop tôt (dans ce cas on ne pourrait pas identifier les pics sur le chromatographe).

Enfin, une fois que les composés et le gaz porteur sont sortis de la colonne, ils arrivent sur un détecteur. C'est ce dernier qui permet de quantifier chacun des composés présents dans le gaz porteur. Un signal est alors émis vers un enregistreur qui permettra de tracer le chromatographe, c'est à dire l'ensemble des pics correspondant aux composés et leur intensité en fonction du temps.

Le détecteur que l'on utilise ici est spécifique puisqu'il permet d'identifier les produits qui sortent de la colonne par l'établissement de leur spectre de masse qui correspond à la



signature d'une molécule donnée. Le spectre de masse permet alors d'analyser la structure de la molécule et donc de l'identifier.



### Document 2 : CPG-masse

## 3) Travail réalisé et résultats

### 3.1) Détection des solvants par CPG-masse

Afin d'étudier de façon expérimentale la composition de nos peintures, nous avons réalisé une CPG-masse.

*Protocole : Annexe 6.4.1).*

#### *Résultats*

On a utilisé le CPG-Masse Saturn 2100 T de la marque Varian. (*Annexe 6.4.2*)

On a analysé les résultats de la CPG-Masse sur nos quatre échantillons de peinture via le logiciel de traitement System Control.

Ce logiciel permet, comme expliqué précédemment, de donner la nature des composants de l'échantillon en fonction du temps de rétention (On se sert d'un échantillon de référence). Dans la théorie, afin de quantifier ces composants dans le mélange on mesure la surface du pic correspondant sur le chromatographe et on le reporte à la surface totale des pics. On obtient ainsi le pourcentage de chaque composant dans l'échantillon. Mais dans notre cas d'étude d'un gaz il est difficile de faire du quantitatif, ici on injecte des étalons afin de déterminer les molécules présentes dans le gaz.

Pour notre expérience, nous avons choisi le chromatogramme de la peinture blanche qui semblait le plus simple (pics fins) comme référence. Nous avons alors relevé les pics caractéristiques ainsi que les temps de rétentions et les composés possibles associés. Puis nous avons cherché à retrouver ces mêmes composés dans les différents chromatogrammes des différentes peintures. Pour cela nous nous placions aux temps de rétention que l'on avait relevé sur le « chromato de référence ». On a ainsi trouvé des composés redondants dans les différentes peintures tel que le cycloheptatriène (ou d'autres cyclohexane voir *annexe 2 et 3*) qui semble être un solvant ou encore le toluène, le O-xylène, le Undecane ou le nonadecane. Ces molécules sortent à des temps de rétention très similaires dans les différentes peintures. Par exemple, on voit bien que les dérivés de cyclohexane sortent à des temps très similaires (10,935 minutes pour la peinture orange et 11,173 minutes pour la peinture rouge) sur les *annexes 6.4.3 et 6.4.4*.

### 3.2) Détection COV : manipulations et exploitations de résultats

En commençant notre projet, nous avons cherché des protocoles que nous pouvions mettre en place afin de vérifier les effets de la température, de l'humidité et des courants d'air sur le séchage de la peinture et donc les émissions de COV. Nous avons décidé d'effectuer une recherche documentaire sur Internet afin de recenser des protocoles expérimentaux déjà existant et ainsi, de nous aider dans notre travail, en nous inspirant des conditions expérimentales données par ces protocoles, des quantités de peintures, etc...

Nous avons d'abord cherché sur des sites qui commercent des détecteurs portatifs comme celui que nous utilisons, sans résultats. En effet ces sites se contentent de vendre, et n'apportent pas beaucoup d'informations au sujet de l'utilisation des détecteurs.

Par la suite, nous avons cherché, plus largement, s'il existait des expériences similaires à celles que nous voulions effectuer. Nous nous sommes rendu compte que nous trouvions surtout des comptes rendus sur la qualité de l'air. En effet, en 2010-2013, l'état a mis l'accent sur le contrôle et l'amélioration de la qualité de l'air dans les espaces publics, et chez les particuliers, notamment grâce à la mise en place d'une législation qui oblige les produits dans lesquels il y a des COV à afficher la quantité d'émissions de COV à l'aide d'un système de lettres (A pour un produit qui provoquent peu d'émissions, B,C..). L'état a aussi commandé un certain nombre de campagnes de surveillance de la qualité de l'air dans les établissements scolaire et partant du constat que les enfants, parmi lesquels le nombre asthmatiques est en augmentation, passent la majorité de leur temps à l'intérieur. Le rapport de l'une de ces campagnes, réalisée en Septembre 2014 par l'Observatoire de la qualité de l'air intérieur, nous a néanmoins donné certaines pistes, et nous a inspirés pour imaginer nos protocoles expérimentaux. (*Annexe 6.2*). Ce rapport vise à déterminer la qualité de l'air dans des écoles en mesurant les taux de COV émis par divers objets que l'on trouve couramment à l'école : feutres, craie, pâte à modeler, gouache... Cependant, cette étude avait pour but de mettre en évidence la présence de petites quantités de COV dans l'air ambiant, et n'était donc pas semblable à celles que nous voulons faire, où les taux de

COV seraient comparés dans différentes conditions de température, humidité et courants d'air.

Nous avons donc décidé de rechercher nous-même, au cours de nos expériences, les conditions expérimentales dans lesquelles il était le plus cohérent d'effectuer nos expériences. C'est ainsi que nous avons testé différentes quantités de peintures, différentes peintures, différents environnements. Nous nous sommes heurtés à différents problèmes: la rapide saturation du détecteur dans les espaces clos, la difficulté à mesurer précisément la quantité de peintures que nous étalions... Voici donc les différentes expériences que nous avons faites et qui nous ont permis de mieux cerner de dont nous avons besoin, au cours du projet.

### 3.2.1) Sorbonne

---

*Protocole* : Annexe 6.5).

*Résultats*

1<sup>ère</sup> manipulation : Vendredi 20 Mars 2015 à 8h15

Nous avons constaté que le taux de COV était nul, même après plusieurs minutes d'expérience. Mais tout d'un coup, le détecteur a saturé et l'alarme s'est déclenchée (il a donc atteint 30PPM sans que nous ne comprenions pourquoi).

2<sup>ème</sup> manipulation : Vendredi 20 Mars à 8h30

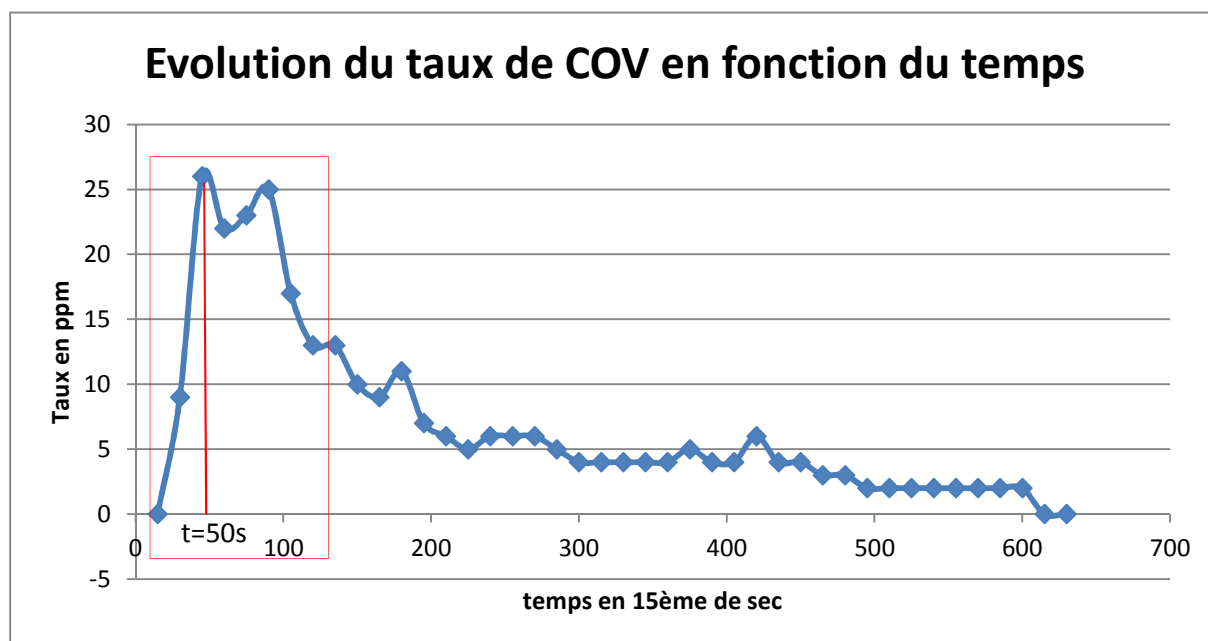
Nous refaisons la même expérience, mais pas sous sorbonne cette fois, pour tenter de comprendre ce qu'il s'est passé lors de notre premier essai. De même, après plusieurs minutes, le détecteur est toujours à 0 PPM. L'un d'entre nous a alors touché la peinture du bout des gants pour vérifier si elle était sèche ou pas, et brusquement l'alarme du détecteur s'est déclenchée. Nous avons donc compris que cette peinture, très visqueuse, semblait se durcir très vite à la surface, en empêchant ainsi l'expulsion des COV, mais que le simple fait de la toucher légèrement brisait la couche de surface, et les COV étaient donc libérés. Nous avons émis l'hypothèse que cette peinture étant une peinture d'extérieur, elle devrait normalement être étalée à l'extérieur, sur un sol inégal, en couche plus fine, et une plus grande quantité de peinture serait donc en contact avec l'air, alors que nous l'étalions en couche épaisse sur une surface plane, et que du fait de sa viscosité, elle formait une sorte de couche plus dure sur le dessus qui limitait les émissions de COV.

3<sup>ème</sup> manipulation : Vendredi 20 Mars, 9h00

Après ces deux échecs, nous avons décidé de changer de peinture, et de choisir la peinture jaune avec laquelle nous avons fait nos expériences préliminaires. Nous avons fait l'expérience sous sorbonne, et elle s'est déroulée sans problèmes. Nous l'avons arrêtée au bout de 20mn, car le taux de COV, qui avait préalablement augmenté jusqu'à 26PPM, était redevenu nul.

## Analyse

Voici l'évolution en fonction du temps du taux de COV dans le milieu expérimental. Ce graphique correspond à notre 3<sup>ème</sup> essai, qui est le plus concluant. Nous nous sommes placés dans des conditions d'expérimentation optimale, à température ambiante (20°C) et sous sorbonne permettant le renouvellement de l'air. On remarque ainsi que le taux de COV en ppm augmente très rapidement en début d'expérience, entre 0 et 100 secondes et jusqu'à 27 ppm et diminue au cours du temps pour atteindre 0 ppm. Les COV sont donc principalement émis au tout début du séchage : leur concentration est très importante dans la 1<sup>ère</sup> minute d'exposition puis diminue progressivement au cours du temps.



### 3.2.2) Boite en plexiglas

Protocole : Annexe 6.6).

#### Résultats

1<sup>ère</sup> manipulation : Vendredi 27 Mars 2015 à 8h15

#### Milieu humide

Deux semaines avant l'expérience ; nous avons placé quatre coupelles remplies d'eau dans la boîte en plexiglas, afin d'augmenter l'humidité de l'air. Nous n'avons pas de moyen de mesurer l'humidité dans la boîte, mais au vu de la buée sur les parois, l'air y est très humide.

Après avoir placée la plaque dans la boîte, le détecteur sature au bout de 5min, et l'alarme se déclenche.

2<sup>ème</sup> manipulation : Vendredi 27 Mars 2015 à 8h40

#### Milieu sec

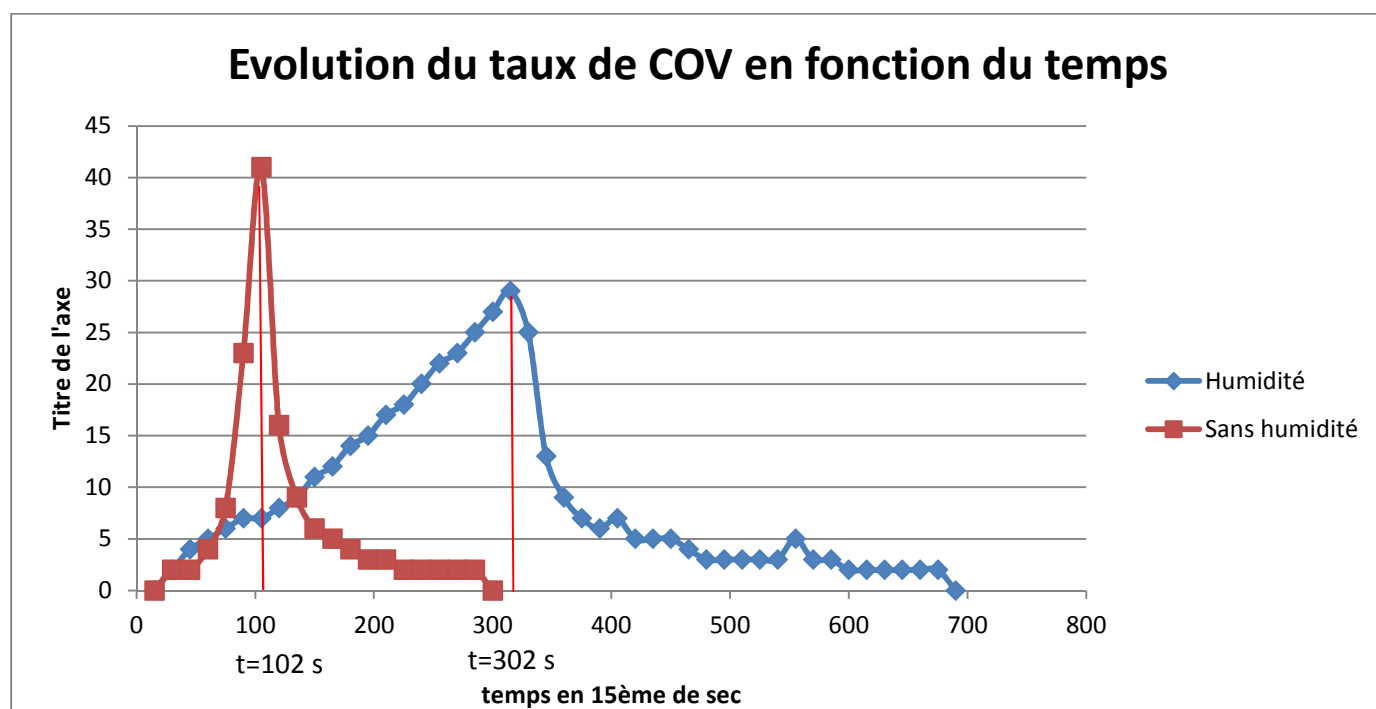
Après avoir soigneusement séchée la boîte sous sorbonne et au sèche-cheveux, nous refaisons l'expérience. Cette fois, l'alarme se déclenche au bout de 1min seulement.

### Analyse

1<sup>ère</sup> manipulation : boîte en milieu humide

2<sup>ème</sup> manipulation : boîte en milieu sec

Comparons les deux graphiques :



Cette expérience dans la boîte en plexiglas nous a permis d'étudier l'influence de l'humidité sur les émissions de COV. On remarque que lorsque le milieu est humide, le taux maximal de COV est atteint au bout de 5 min contre 1 min seulement pour le milieu sec. L'humidité semble donc être un frein à l'émission de COV.

Cette expérience nous semble très concluante : l'humidité a donc un effet quasi-certain sur l'émission de COV. Nous émettons une hypothèse : quand il y a une forte humidité, l'air est saturé d'eau, et les COV ne peuvent pas s'y mélanger.

### 3.2.3) Enceinte climatique

Protocole : Annexe 6.7).

#### Résultats et analyse

- 1<sup>ère</sup> expérience : Lundi 30 Mars 2015, 14h09

Conditions : 20°C, 30% d'humidité, 30% ventilation.

Le taux de COV atteint assez vite 27ppm, reste stable pendant longtemps, et ne redescend qu'à 24ppm à la fin.

- 2<sup>ème</sup> expérience : Lundi 30 Mars 2015, 14h40

Conditions : 20°C, 30% d'humidité, 90% ventilation.

Hausse très rapide du taux de COV, expérience arrêtée au bout de 8mn pour cause de saturation du détecteur.

- 3<sup>ème</sup> expérience : Lundi 30 Mars 2015, 15h00

Conditions : 20°C-40°C, 30% d'humidité, 30% ventilation

Problème : Nous n'avons compris que pendant l'expérience que lorsqu'on fixait la température à 40°C, elle montait progressivement au cours de l'expérience, et n'était donc pas constante comme nous le souhaitons.

Hausse rapide du taux de COV, expérience arrêtée au bout de 14mn pour cause de saturation du détecteur.

- 4<sup>ème</sup> expérience : Lundi 30 Mars 2015, 15h25

Conditions : 40°C, 30% d'humidité, 30% ventilation.

Problème : La température oscille entre 30°C et 40°C, elle n'est pas constante.

Hausse très rapide du taux de COV, expérience arrêtée au bout de 5mn pour cause de saturation du détecteur.

- 5<sup>ème</sup> expérience : Lundi 30 Mars 2015, 15h40

Conditions : 40°C, 30% d'humidité, 30% ventilation.

Hausse très rapide du taux de COV, expérience arrêtée au bout de 4mn pour cause de saturation du détecteur.

- 6<sup>ème</sup> expérience : Lundi 30 Mars 2015, 16h00

Conditions : 20°C, 90% d'humidité, 30% ventilation

Problème : Arrêt au bout de 2mn car le taux d'humidité est bloqué à 20 %.

- 7<sup>ème</sup> expérience : Lundi 30 Mars 2015, 16h29

Conditions : 20°C, 90% d'humidité, 30% ventilation

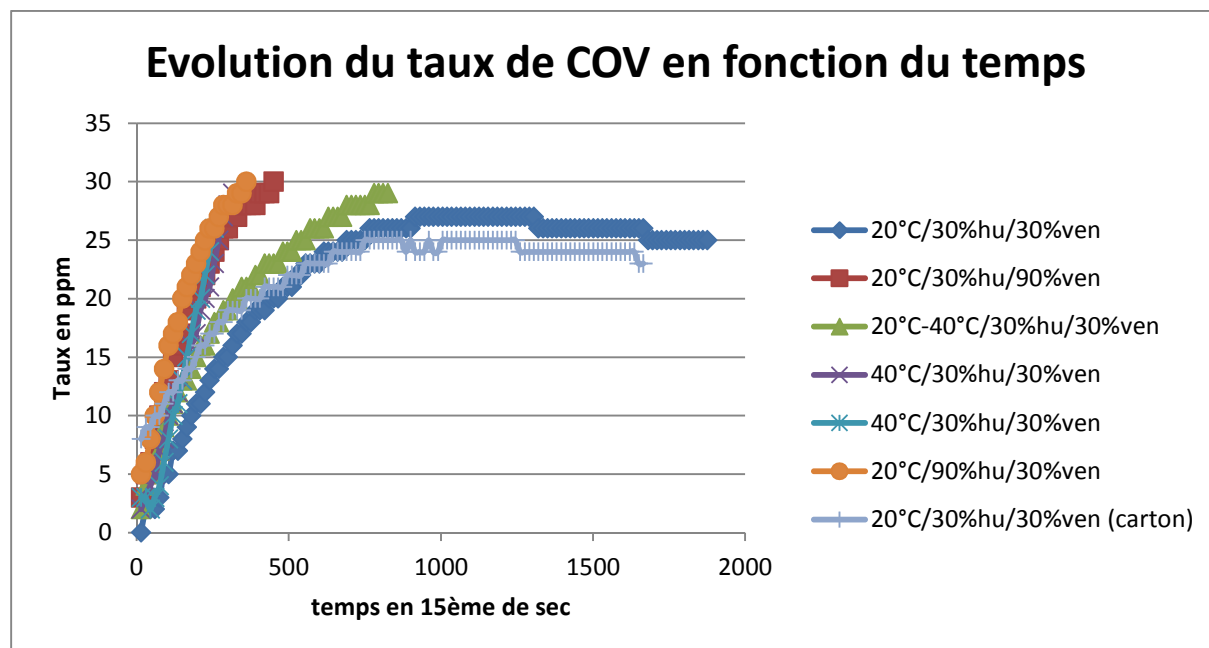
Arrêt de l'expérience au bout de 6mn.

- 8<sup>ème</sup> expérience : Lundi 30 Mars 2015, 17h19

*On remplace le placo par du carton.*

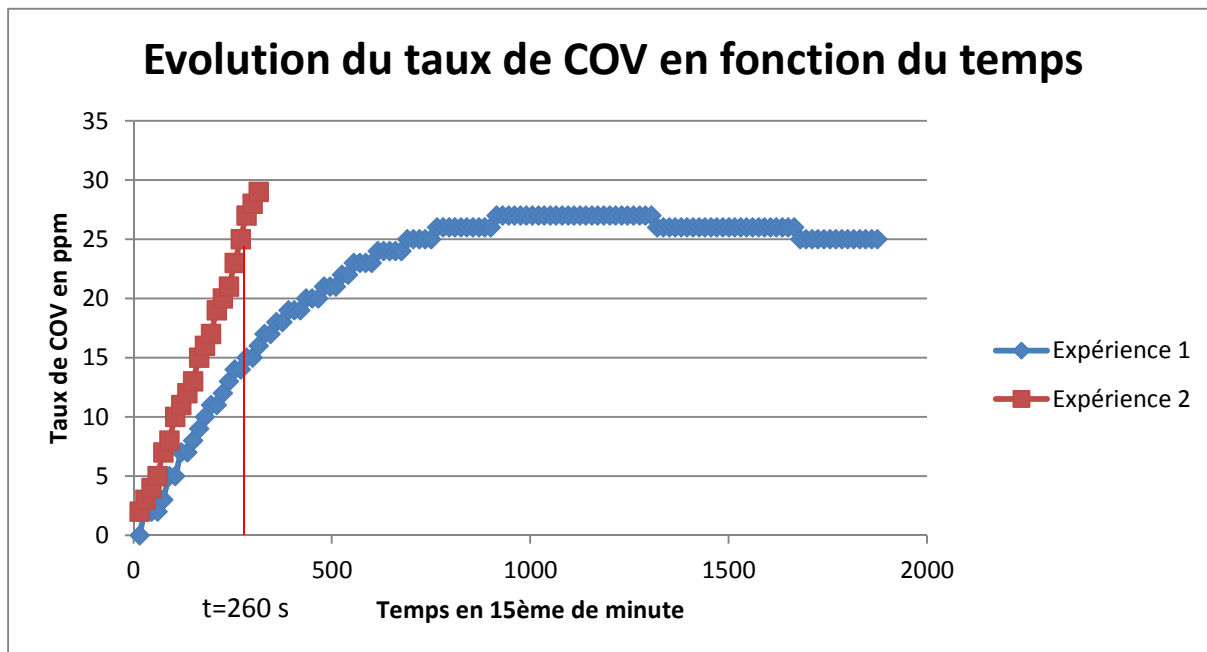
Conditions : 20°C, 30% d'humidité, 30% ventilation.

Le taux de COV augmente rapidement puis se stabilise à 25ppm jusqu'au bout de l'expérience.



Si on compare toutes les courbes obtenues par les expériences sur l'enceinte climatique, on peut émettre de nombreuses hypothèses notamment quant à l'influence de la température sur les émissions de COV.

Comparons tout d'abord le graphique de la 1<sup>ère</sup> expérience (20°C, 30% humidité, 30% ventilation) à celui de la 4<sup>ème</sup> expérience (40°C, 30% d'humidité, 30% ventilation) afin d'étudier l'impact de la température sur le taux d'émission.



A  $t=260$  sec, le taux est de 15ppm à 20°C et de 25 ppm à 40°C. Au regard de ces résultats, nous pouvons donc dire qu'une température relativement importante favorise l'émission de COV dans l'air.

Au cours de cette expérience, nous n'avons pas pu étudier l'influence des flux d'air sur les taux d'émission car il s'agissait dans l'enceinte climatique d'une simple ventilation qui ne permettait pas le renouvellement de l'air mais simplement un brassage de l'air à l'intérieur de celle-ci. Nous avons cependant essayé d'augmenter la ventilation au sein de l'enceinte pour en voir les effets. On remarque sur le graphique de la 2<sup>ème</sup> expérience que le détecteur a saturé très rapidement : le brassage de l'air ne favorise pas la diminution des COV à l'intérieur de l'enceinte.

Enfin, nous n'avons pas pu nous intéresser au facteur humidité car l'enceinte climatique ne nous permettait pas d'avoir un taux d'humidité constant tout au long de l'expérience.

Cette expérience nous a donc permis de mettre en évidence l'influence de la température sur les taux d'émission de COV : une forte température provoque l'émission plus rapide des COV dans l'air.

### 3.2.4) Boite en carton

#### 3.2.4.1) Arrivée d'air

Nous avons tout d'abord réalisé des expériences dans la boite en carton en utilisant l'arrivée d'air du laboratoire en tant que flux d'air.

*Protocole* : Annexe 6.8).

*Résultats*



- 1<sup>ère</sup> expérience : lundi 18 mai 2015 à 16h22

L'expérience a duré 35 min. Le taux de COV a atteint 43 ppm au bout de 8 min, ce qui est son maximum. Ensuite, des fluctuations ont eu lieu à cause de la variabilité des flux d'air et de la composition de ceux-ci. Au bout de 35 minutes le taux a atteint 5 ppm, nous avons arrêté le détecteur.

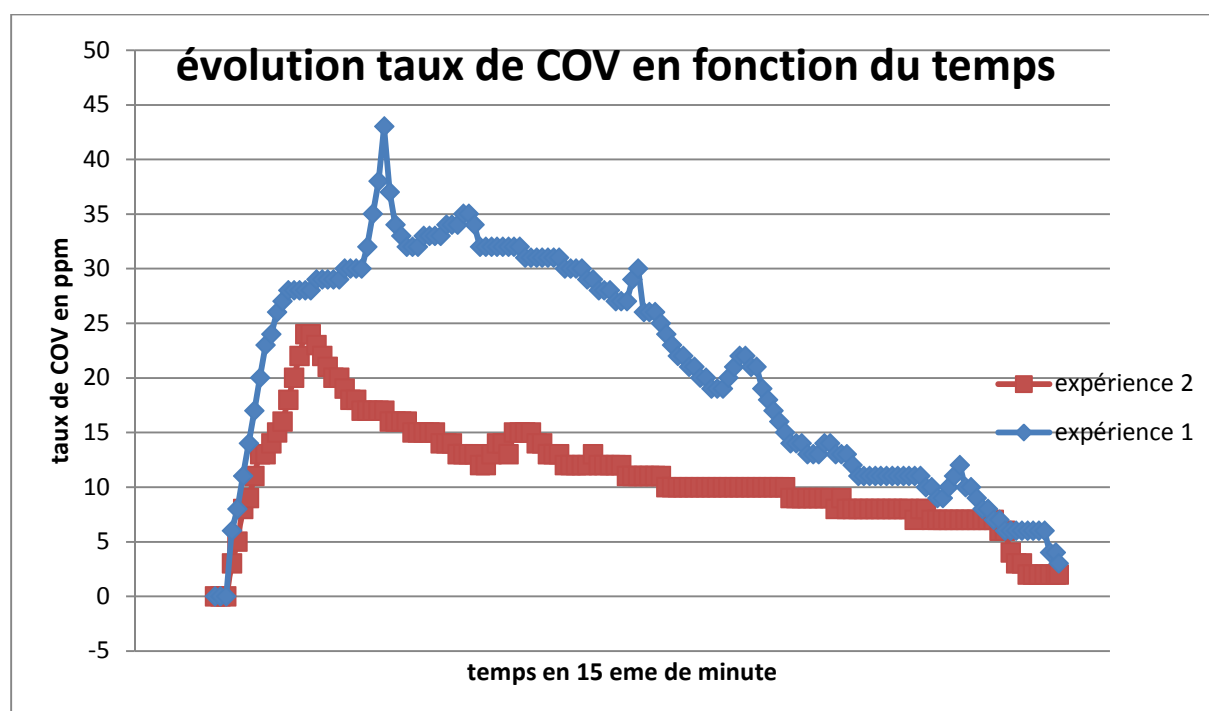
Le détecteur a bipé (« low alarm ») une fois que le seuil de 30 ppm a été franchi.

- 2<sup>ème</sup> expérience : le 22 mai 2015 à 8h50

Lors de la deuxième expérience, nous avons répété le plus précisément possible le mode opératoire de la première expérience.

Nous pouvons voir que le taux de COV détectait deux fois moins de COV que dans la première expérience. Le taux maximum est de 24 ppm atteint au bout de 5 minutes et revient à 0 au bout de 35 minutes. Comme dans la précédente expérience, nous remarquons que le taux de COV diminue jusqu'à 12 ppm avant de remonter à 15 ppm. Dans cette expérience la « low alarm » du détecteur n'a jamais été déclenchée.

#### Analyse des résultats



Nous remarquons que les deux courbes ont à peu près la même allure générale. Elles atteignent leur maximum en moins de 10 minutes, le taux de COV diminue ensuite avant de remonter un tout petit peu aux alentours des 15 minutes et redescendent ensuite progressivement.

Néanmoins le taux max de COV est deux fois moins élevé dans la deuxième expérience que dans la première même si le mode opératoire est le même. Cela peut être dû au fait que notre protocole est très artisanal avec un certain nombre de sources de fluctuations

aléatoires : homogénéisation de la peinture d'une expérience à une autre , le temps nécessaire au dépôt de peinture qui varie de quelques secondes, l'uniformité de l'épaisseur du dépôt de peinture, le temps de démarrage des mesures ,les flux d'air, la direction du flux d'air, la place relative entre la plaque et le détecteur, entre la plaque et l'entrée d'air.

D'après nos résultats, nous constatons que la majorité des COV sont évacués dans les 10 premières minutes puis leur quantité diminue jusqu'à être nulle au bout de 35 minutes. Nous pouvons donc dire que les COV sont évacués surtout dans les premières minutes suivant l'application de la peinture puis progressivement ensuite jusqu'à ce qu'il soit en si petite quantité qu'il n'y en ait plus qu'une petite quantité indétectable par notre matériel. Les premières minutes sont donc les plus dangereuses pour l'Homme car le taux de COV est le plus élevé.

Le débit d'air dans la boîte est de 0.30 m/s au niveau de la plaque de placo.

### 3.2.4.2) Sèche-cheveux

---

Nous avons ensuite décidé de remplacer l'arrivée d'air du laboratoire par un sèche-cheveux, à air froid et air. Celui-ci nous a donc permis d'étudier l'influence de la température sur les émissions de COV.

*Protocole Annexe 6.9)*

*Résultats*

**Air froid : 26°C**

- 1<sup>ère</sup> expérience : Jeudi 4 Juin à 9h55

L'expérience a duré 25 min. Le taux de COV a atteint son maximum, 39 ppm au bout de 1min30s. Le taux de ppm a ensuite baissé progressivement pour atteindre 3ppm au bout de 25min. Nous avons donc arrêté le détecteur.

Le détecteur a bipé (« low alarm ») une fois que le seuil de 30 ppm a été franchi.

- 2<sup>ème</sup> expérience : Jeudi 4 Juin à 10h31

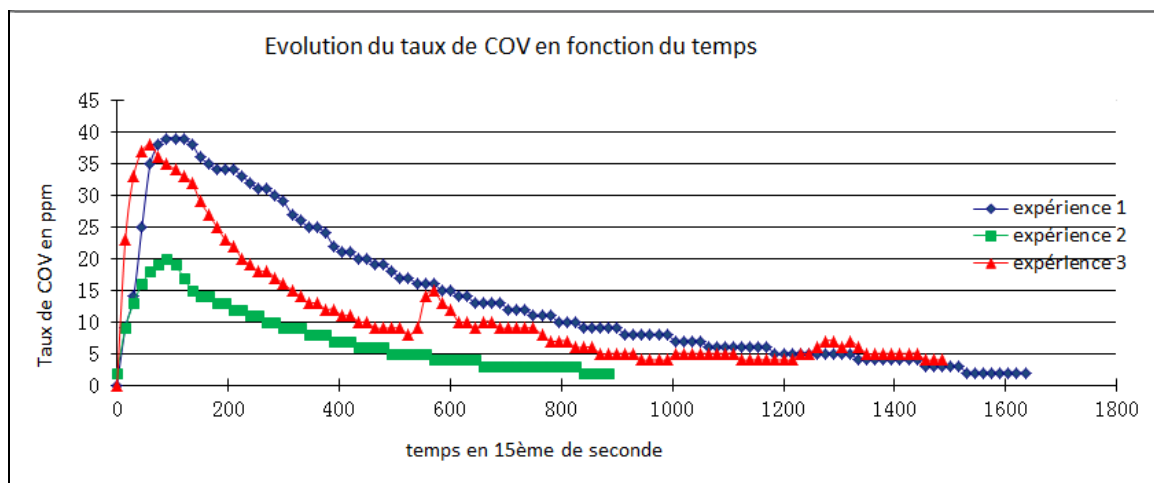
Le protocole expérimental de la première expérience a été soigneusement répété.

Le taux de COV est maximal au bout de 1min 30, quand il atteint 20ppm, soit la moitié du taux maximum trouvé lors de la première expérience. Le taux de ppm redescend encore une fois progressivement, et atteint 2ppm au bout de 15min, donc beaucoup plus rapidement que dans la première expérience. Dans cette expérience la « low alarm » du détecteur n'a jamais été déclenchée.

- 3<sup>ème</sup> expérience : Jeudi 4 Juin à 10h48

Encore une fois, nous essayons de répéter le protocole expérimental des deux premières expériences. Le taux maximum de COV, 38ppm, est atteint au bout de 1min. La low alarm du

détecteur se déclenche au-dessus du seuil des 30 ppm. Le taux de ppm fluctue légèrement à cause de la variabilité du flux d'air, et redescend à 4 ppm au bout de 25 min.



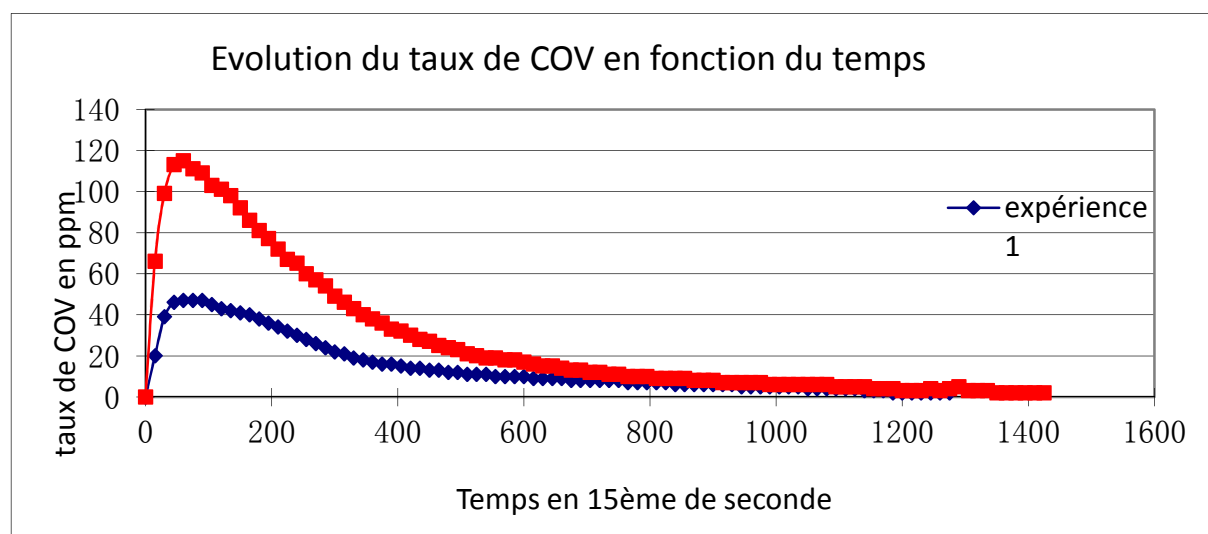
### Air chaud: 50°C

- 1<sup>ère</sup> expérience : Vendredi 5 Juin à 8h26

L'expérience a duré 20 min. Le taux de COV a atteint son maximum, 47 ppm au bout de 1min. Le taux de ppm a ensuite baissé progressivement pour atteindre 2ppm au bout de 20min. Nous avons donc arrêté l'expérience.

- 2<sup>ème</sup> expérience : Vendredi 5 Juin à 8h49

Nous avons pris soin de répéter le plus fidèlement possible le protocole expérimental de la première expérience. Le taux de COV atteint son maximum, 115ppm, au bout de 1min, soit plus de deux fois le taux maximum trouvé à l'expérience précédente. Le taux de ppm atteint 3ppm au bout de 20min.



### *Analyse des résultats*

En ce qui concerne les trois premières expériences, nous constatons que l'allure générale est la même : elles atteignent leur maximum rapidement, au bout de 1min ou 1min30s, puis le taux de COV diminue progressivement. Cependant, le taux maximal atteint lors de la deuxième expérience est moitié moins important que les taux maximum atteints durant la première et la troisième expérience.

### 3.2.5) Protocole retenu

---

La plupart de nos expériences n'ont pas été assez concluantes pour que l'on puisse en tirer des conclusions. En effet, nos installations étaient trop artisanales et il était difficile d'avoir un protocole répétable nous permettant d'obtenir des résultats similaires au cours des expériences. Néanmoins, nous avons réfléchi à un protocole « idéal » qui nous permettrait d'obtenir des résultats satisfaisants.

#### *Matériel :*

- Un boîte en plexis glass 40\*30\*70
- Une plaque de placo
- Un détecteur de COV GasAlert
- De la peinture jaune
- Une balance Collège

#### *Boite en Plexi Glass :*

Afin d'avoir des conditions d'expérimentation optimales, nous pourrions utiliser une boîte en plexiglas de dimensions similaires à la boîte en carton utilisée dans une de nos expériences précédentes, c'est-à-dire 40\*30\*70. Il faudrait qu'il y ait une ouverture d'environ 2cm de diamètre à une extrémité de la boîte pour passer le tuyau d'arrivée d'air puis plusieurs petites ouvertures de 3 cm de diamètre à l'autre extrémité. Le flux d'air doit être de 0.30m/s ce qui correspond au flux d'air des laboratoires.

#### *Protocole :*

- Placer le détecteur dans la boîte à l'endroit indiqué par une croix blanche
- Placer dans cette boîte la plaque de placo avec 1.2g de peinture répartis sur une surface de 4.5cm\*4.5cm.
- Branche l'arrivée d'air à l'aide d'un tube en plastique et placer ce tube dans l'ouverture de la boîte prévu à cet effet
- Déclencher un chronomètre et attendre environ 35min.

#### 4) Conclusions et perspectives

---

Pour conclure, nous pouvons donc dire que ce projet a été une expérience très enrichissante d'un point de vue scientifique mais aussi personnel. En effet, nous avons découvert l'existence des composés organiques volatils et nous avons appris de nombreuses choses sur les peintures, concernant leur composition ou leur formulation. Nous avons très tôt pris conscience de la dangerosité de ces COV et il a été très intéressant pour nous d'étudier leurs taux d'émission dans différentes conditions d'expérimentation.

- Difficultés rencontrées

D'un point de vue expérimental, nous avons rencontré quelques difficultés. En effet, nous avons dû comprendre et prendre en main assez rapidement le détecteur portatif mais surtout réfléchir aux expériences à mener afin de détecter les COV émis lors du séchage de peintures. Du fait de la nouveauté du projet, nous avons dû imaginer nous-même les protocoles à réaliser, sans nous baser sur les expériences des années précédentes. Par ailleurs, nous avons dû faire face à quelques échecs expérimentaux et il a donc été difficile d'étudier précisément l'influence des conditions de température, d'humidité et de ventilation sur les taux d'émission de COV. Nous avons donc compris que nous ne pouvions pas réellement trouver d'expérience « idéale » car nous avons trop de sources d'incertitudes dans nos expériences : la quantité de peinture mesurée à la balance Collège, peu précise, ou le déplacement manuel de la plaque peinte pour la mettre dans l'enceinte, le carton, ou la boîte, qui contribue déjà au séchage de la peinture. Nous nous sommes donc contentés de formuler des hypothèses car la valeur artisanale de nos expériences ne nous permettait pas de donner un réel sens scientifique à nos constatations.

- Apports personnels

Au-delà du point de vue des connaissances que nous avons pu acquérir, ce projet nous a également permis de découvrir le travail en laboratoire et les recherches qui y sont associées. Nous sommes satisfaits d'avoir mené à bien ce projet sous la forme d'études en laboratoire et cet aspect du projet nous a particulièrement intéressés. Nous avons aimé être autonomes, mettre au point nos propres protocoles et les appliquer par la suite. Ce projet a donc conforté certains membres du groupe dans l'idée d'intégrer le département Chimie des Procédés.

Ce projet a aussi été l'occasion de travailler en groupe et nous avons apprécié partager nos idées et nos connaissances. Il nous a fallu être organisés et rigoureux afin de mener à bien nos expériences et d'assurer l'avancement de notre projet, malgré les problèmes de compréhension des étudiants étrangers. La distribution des tâches nous a semblé importante et nous avons rédigé de nombreux compte rendus afin d'informer l'ensemble du groupe des résultats des expériences réalisées.

- Perspectives d'avenir

Pour continuer ce projet, il faudrait réaliser l'expérience présentée précédemment au moins 3 fois dans des conditions d'humidité et de température normales afin de s'assurer de sa

répétabilité. Il serait ensuite nécessaire de réaliser cette expérience en faisant dans un premier temps augmenter la température intérieure pour atteindre 40 degrés et dans un second temps l'humidité à l'aide d'une coupelle d'eau comme nous avons fait précédemment.

## 5) Bibliographie

---

Liens internet :

<http://www.ineris.fr/centredoc/emisn1-4v6.pdf>, (valide à la date du 14 mars 2015).

<http://www.afssa.fr/ET/PPNEBAF.htm?pageid=1380&parentid=265&ongletstid=1772>,  
(valide à la date du 14mars 2015).

[http://www.endetec.com/endetec/ressources/files/1/31830,Guide\\_technique\\_prelevement  
\\_air.pdf](http://www.endetec.com/endetec/ressources/files/1/31830,Guide_technique_prelevement_air.pdf) (valide à la date du 2 Juin 2015).

[http://www.officiel-prevention.com/protections-collectives-organisation-ergonomie/risque-  
chimique/detail\\_dossier\\_CHSCT.php?rub=38&ssrub=69&dossid=274](http://www.officiel-prevention.com/protections-collectives-organisation-ergonomie/risque-chimique/detail_dossier_CHSCT.php?rub=38&ssrub=69&dossid=274) (valide à la date du 2  
Juin 2015).

[http://www.officiel-prevention.com/protections-collectives-organisation-ergonomie/risque-  
chimique/detail\\_dossier\\_CHSCT.php?rub=38&ssrub=69&dossid=274](http://www.officiel-prevention.com/protections-collectives-organisation-ergonomie/risque-chimique/detail_dossier_CHSCT.php?rub=38&ssrub=69&dossid=274), (valide à la date du 14  
mars 2015).

[http://www.batirama.com/article/1073-peinture-et-cov-quelle-reglementation-applicable-  
en-janvier-2010.html](http://www.batirama.com/article/1073-peinture-et-cov-quelle-reglementation-applicable-en-janvier-2010.html), (valide à la date du 14 mars 2015).

[http://www.ineris.fr/aida/consultation\\_document/957](http://www.ineris.fr/aida/consultation_document/957) , (valide à la date du 14 mars 2015).

Site Officiel Prévention, santé et sécurité au travail :

[www.officiel-prevention.com/protections-collectives-organisation-ergonomie/risque-  
chimique/detail\\_dossier\\_CHSCT.php?rub=38&ssrub=69&dossid=274](http://www.officiel-prevention.com/protections-collectives-organisation-ergonomie/risque-chimique/detail_dossier_CHSCT.php?rub=38&ssrub=69&dossid=274), (valide à la date du  
28/04/15).

Fiche de sécurité du cyclohexane, sur le site de l'INRS :

[www.inrs.fr/default/dms/inrs/.../TI-FT-17/ft17.pdf](http://www.inrs.fr/default/dms/inrs/.../TI-FT-17/ft17.pdf), (valide à la date du 28/04/15).

Fiche de sécurité du dodécane : <http://www.anachemia.com/msds/french/3928f.pdf>, (valide  
à la date du 28/04/15).

Fiche de sécurité du glycine : <http://molekula.com/chemicals/msds/835>, (valide à la date du  
28/04/15).

Fiche de sécurité du nonadécane,

<http://chimie-securite.univ-lyon1.fr/FDS-629-92-5.pdf>, (valide à la date du 28/04/15).

<http://www.ineris.fr/centredoc/mesure-1357743062.pdf>, (valide à la date du 9 mai 2015).

[http://rescoll.fr/blog/wp-content/uploads/2009/02/guide-reduction-cov-peintures-  
verniss.pdf](http://rescoll.fr/blog/wp-content/uploads/2009/02/guide-reduction-cov-peintures-verniss.pdf) (valide à la date du 23 Mars 2015).



[http://documentation.bruxellesenvironnement.be/documents/IF Eco\\_construction MAT19\\_Part\\_FR.PDF](http://documentation.bruxellesenvironnement.be/documents/IF_Eco_construction_MAT19_Part_FR.PDF) (valide à la date du 23 Mars 2015).

<http://jcfressaix.free.fr/Fichiers%20pdf/peinture%20automobile%20doc/nd2142%5B1%5D.pdf> (valide à la date du 23 Mars 2015).

## 6) Annexes

---

### 6.1) COV : réglementation et dangerosité

---

#### 6.1.1) Dangerosité

---

##### Santé :

Il est clairement établi que les COV utilisés actuellement sont néfastes pour la santé. En effet, certains peuvent provoquer des irritations des yeux, des muqueuses ou des voies respiratoires, comme le formaldéhyde, présent dans de nombreux liants, bactéricides, fongicides, ou encore peintures. D'autres provoquent des troubles cardiaques et du système nerveux et des maux de têtes, comme les COV aromatiques présents par exemple dans les carburants pétroliers, les dissolvants, ou les mastics. Les hydrocarbures aliphatiques comme le white-spirit, bien que relativement peu nocifs, provoquent des vertiges et des nausées voire des troubles digestifs. Certains COV sont même cancérigènes, toxiques pour la reproduction ou mutagènes comme le benzène présent dans l'essence, ou le perchloréthylène, solvant utilisé dans les pressings.

Dans l'industrie, certains travailleurs se trouvent exposés de façon quotidienne aux COV. Or, quand on inhale un COV, celui-ci va dans les poumons, et passe dans le sang. Il peut donc aller jusqu'au cœur et au cerveau, et se diffuser dans tout le corps. La gravité d'une exposition aux COV dépend de différents facteurs, comme la toxicité du solvant volatil, sa concentration, la durée d'exposition, la voie d'exposition (inhalation, projection sur la peau pour les COV les plus fluides..), et de la sensibilité individuelle (allergie, grossesse..). De plus, dans l'exposition aux COV, on distingue les effets « aigus » (dus à des concentrations élevées) et « chroniques » (dus à de faibles concentrations, mais à des expositions répétées). Les effets aigus s'observent lors de fuites ou de déversements importants, suite à des rejets accidentels massifs de COV dans des milieux confinés (caves, galeries souterraines...), ce qui peut induire de sérieuses conséquences respiratoires, pouvant aller jusqu'au coma.

Certains travailleurs souffrent ainsi de « maladie professionnelle » quand leurs problèmes de santé sont une conséquence directe de l'exposition à un risque chimique.

##### Risque d'explosion et d'incendie:

Les COV peuvent également présenter des risques d'incendie et d'explosion. En effet, il apparaît qu'au-delà d'une certaine concentration, beaucoup de COV dégagent à leur surface des vapeurs combustibles qui peuvent s'enflammer voire exploser au contact d'une source de chaleur importante (étincelle, flamme, surface brûlante...). De plus, certains COV, lorsqu'ils brûlent, libèrent des gaz toxiques tels que le chlore, le phosgène, l'acide chlorhydrique gazeux...

Les risques d'incendie et d'explosion dépendent des caractéristiques physiques des COV, comme :

- leur température d'auto-inflammation (température minimale pour laquelle il y a une inflammation spontanée au contact d'une surface, sans présence de flamme).

- leur point d'éclair (température minimale à laquelle le produit émet suffisamment de vapeurs pour former, avec l'air ambiant, un mélange gazeux qui s'enflamme momentanément sous l'effet d'une flamme, mais l'inflammation disparaît rapidement).

Point d'éclair	Inflammabilité	Exemples
< 0°C	" extrêmement inflammable "	éther, essence, acétone
0°C < Point d'éclair < 21°C	" très inflammable "	térébenthine, gasoil
21°C < Point d'éclair < 55°C	" facilement inflammable "	..
55°C < Point d'éclair < 100°C	" inflammable "	..

Document 3 : Inflammabilité en fonction du point d'éclair

-leur température d'inflammabilité (la température minimale pour maintenir une inflammation)

- leur limite d'explosivité








Risques pour l'environnement :

Les composés organiques volatils ont des effets néfastes sur l'environnement non seulement lors de leur utilisation bien sûr, mais aussi pendant leur stockage. En effet, sur près de 20 millions de tonnes de solvants utilisés tous les ans dans le monde, on peut considérer qu'environ les trois quarts disparaissent par évaporation. Cette évaporation des COV dans l'atmosphère contribue à la production d'ozone, gaz très dangereux pour les organismes vivants, dans la troposphère (partie de l'atmosphère la plus proche de la Terre) par réaction photochimique sous l'effet des rayons ultra-violet du soleil. L'ozone peut entraîner des irritations des yeux et de la gorge, des insuffisances respiratoires, voire, dans le cas des groupes à risque, une surmortalité pour les personnes affaiblies. Il est également très néfaste pour la faune sauvage et la flore. Les COV sont donc à l'origine de graves problèmes de pollution, depuis l'ozone troposphérique irritant, jusqu'à la constitution d'un effet de serre.

Nous avons également souhaité évaluer la dangerosité des COV présents dans nos peintures.

Nous nous sommes focalisés sur les solvants que nous avons trouvés dans nos peintures tels que le cyclohexane, le nonadecane, la glycine et le dodécane.

Cyclohexane :

				
F - Facilement inflammable	Xn - Nocif	N - Dangereux pour l'environnement		
<b>CYCLOHEXANE</b>			<b>CYCLOHEXANE</b>	
<p>R 11 – Facilement inflammable.</p> <p>R 38 – Irritant pour la peau.</p> <p>R 65 – Nocif : peut provoquer une atteinte des poumons en cas d'ingestion.</p> <p>R 67 – L'inhalation de vapeurs peut provoquer somnolence et vertiges.</p> <p>R 50/53 – Très toxique pour les organismes aquatiques, peut entraîner des effets néfastes à long terme pour l'environnement aquatique.</p> <p>S 9 – Conserver le récipient dans un endroit bien ventilé.</p> <p>S 16 – Conserver à l'écart de toute flamme ou source d'étincelles – Ne pas fumer.</p> <p>S 25 – Éviter le contact avec les yeux.</p> <p>S 33 – Éviter l'accumulation de charges électrostatiques.</p> <p>S 60 – Éliminer le produit et son récipient comme un déchet dangereux.</p> <p>S 61 – Éviter le rejet dans l'environnement. Consulter les instructions spéciales/la fiche de données de sécurité.</p> <p>S 62 – En cas d'ingestion, ne pas faire vomir. Consulter immédiatement un médecin et lui montrer l'emballage ou l'étiquette.</p>			<p><b>DANGER</b></p> <p>H 225 – Liquide et vapeurs très inflammables.</p> <p>H 304 – Peut être mortel en cas d'ingestion et de pénétration dans les voies respiratoires.</p> <p>H 315 – Provoque une irritation cutanée.</p> <p>H 336 – Peut provoquer somnolence ou vertiges.</p> <p>H 410 – Très toxique pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme.</p>	
203-806-2			203-806-2	

Selon la directive 67/548/CE.

Selon le règlement CE n° 1272/2008.

#### Document 4 : Fiche toxicologique Cyclohexane

D'après les informations données par la FDS de l'INRS sur le cyclohexane, celui-ci est très inflammable (son point d'éclair est très bas, à -20°C). Il est également irritant (effet très asséchant sur la peau et les yeux) et toxique (en cas d'intoxication importante, on peut observer des vertiges, des tremblements, une perte de conscience). Il est également suspecté d'être cancérigène, mutagène, et néfaste pour la fertilité, bien que les résultats observés sur les souris de laboratoires soient peu concluants.

#### Nonadécane :



Il y a moins de données disponibles sur ce solvant. Néanmoins, il apparaît qu'il est irritant pour la peau, les yeux, et par inhalation. De plus il est conseillé de le faire recycler par une entreprise spécialisée.

#### Glycine :



Ce produit est également irritant pour la peau, les yeux, et par inhalation. Il n'est pas particulièrement néfaste pour l'environnement, même s'il est tout de même recommandé de le faire recycler par une entreprise spécialisée. Il n'est pas non plus particulièrement facilement inflammable, mais s'il s'enflamme, il produit des fumées toxiques. Ainsi, il est recommandé de le conserver à l'abri des sources de chaleur. .

#### Dodécane :



Ce solvant est irritant, de même que les précédents. Des effets cancérigènes ont été remarqués chez l'animal, et bien qu'ils ne soient pas réellement prouvés, le solvant est étiqueté CMR. Le produit est également inflammable, mais faiblement, et doit être recyclé par une entreprise spécialisée.

Ainsi, nous avons manipulé des peintures comportant des solvants pour la plupart irritants et légèrement inflammables. Nous avons manipulé avec des blouses, des gants et des lunettes, mais la plupart du temps nous n'étions pas sous sorbonne quand nous peignons. Nous avons donc été protégés des irritations de la peau et des yeux, mais pas par inhalation. Cependant, nous n'avons pas été amenés à manipuler de très grandes quantités de solvant, et quand nous mesurons les émissions de COV, la plaque de peinture était la plupart du temps dans une enceinte fermée ou sous sorbonne, ainsi, nous ne respirions pas de COV. Nous n'avons donc pas été exposés à un grand danger durant ce projet, contrairement aux personnes qui manipulent quotidiennement des solvants dans leur travail.

### 6.1.2) Réglementation

La directive 2004/42/EC limite la teneur maximale en COV dans certains vernis et peinture. Ainsi aucune peinture ou vernis ne doit contenir plus de COV qu'indiqué sur cette directive et les taux en g/l doivent être indiqués sur le produit ainsi que la classe du produit. En effet, ces composés nocifs et cancérigènes pour l'homme sont les principaux responsables de la couche d'ozone.

D'après cette directive, un Composé Organique Volatil se définit comme étant tout composé organique ayant une température d'ébullition inférieure ou égale à 250°C à une pression standard de 101,3 kPa. Le tableau ci-dessous, extrait de la directive 2004/42/EU, récapitule les taux maximum des COV dans différents solvants organiques.

Catégorie de produit	Type	Phase 1 (g/l) (à partir du 1.1.2007)	Phase 2 (g/l) (à partir du 1.1.2010)
1 Peinture intérieure mate murs et plafonds (brillant ≤ 25@60°)	à base aqueuse	75	30
	à base solvant	400	30
2 Peinture intérieure brillante murs et plafonds (brillant ≤ 25@60°)	à base aqueuse	150	100
	à base solvant	400	100
3 Peinture extérieure murs support minéral	à base aqueuse	75	40
	à base solvant	450	430
4 Peinture intérieure/extérieure pour finitions et bardages bois ou métal	à base aqueuse	150	130
	à base solvant	400	300
5 Vernis et lasures intérieurs/extérieurs pour finitions, y compris lasures opaques	à base aqueuse	150	130
	à base solvant	500	400
6 Lasure non filmogène intérieure/extérieure	à base aqueuse	150	130
	à base solvant	700	700
7 Impression	à base aqueuse	50	30
	à base solvant	450	350
8 Impression fixatrice	à base aqueuse	50	30
	à base solvant	750	750
9 Revêtement monocomposant à fonction spéciale	à base aqueuse	140	140
	à base solvant	600	500
10 Revêtement bicomposant à fonction spéciale pour utilisation finale spécifique, sur sols par exemple	à base aqueuse	140	140
	à base solvant	550	500
11 Revêtement multicolore	à base aqueuse	150	100
	à base solvant	400	100
12 Revêtement à effet décoratif	à base aqueuse	300	200
	à base solvant	500	200

Document 5 : Taux maximum de COV autorisés dans différents solvants

D'après la directive 2010/79/EU, une addition à la directive mentionnée précédemment, les méthodes pour déterminer la composition des COV sont différentes si le solvant organique comprend un diluant ou s'il n'est pas. Si le produit final ne contient pas de diluant alors la méthode de CPG masse est adoptée (ISO 11890-2). Autrement, le produit doit être appliqué comme indiqué, ensuite il est séché à 110°C pendant 60 min. Ensuite une détermination de la perte de poids est effectuée par 2 mesures (ASTM D2369).

Par ailleurs, le non-respect de ces réglementations est puni par la loi. Est puni de la peine d'amende prévue pour les contraventions de 5e classe :

- Le fait de mettre sur le marché des produits ne respectant pas la limite de teneur en COV
- Le fait de ne pas étiqueter les produits tels que les vernis, peintures ou produits de retouches pour véhicules ou d'y apposer un étiquetage non conforme aux directives européennes (concentrations en COV en g/l et catégorie du produit)
- Le fait de ne pas communiquer, à un acheteur qui en fait la demande, la concentration du produit en COV si les produits de revêtement contiennent des solvants organiques en quantité supérieure à 1 % en masse

- La récidive est réprimée conformément aux dispositions des articles 132-11 et 132-15 du code pénal

## 6.2) Protocoles de base

---

### 3.4. METROLOGIE

#### 3.4.1. Mesure des COV

Les concentrations en COV ont été mesurées selon la norme NF ISO 16000-6, au niveau de la zone de brassage de l'air de la chambre d'essai d'émission.

Le principe du prélèvement et de l'analyse des COV selon la norme NF ISO 16000-6 consiste à prélever les COV par pompage (prélèvement actif) sur un support adsorbant (Tenax TA), à réaliser la désorption thermique du tube Tenax TA suivie de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse (GC) avec double détection par ionisation de flamme et spectrométrie de masse. Les équipements utilisés dans le laboratoire du CSTB sont un thermo-désorbeur Perkin Elmer ATD 400 et un chromatographe en phase gazeuse VARIAN Saturn 3800, couplé à un spectromètre de masse pour l'indentification et à un détecteur à ionisation de flamme pour la quantification.

La méthode de prélèvement et d'analyse est optimisée pour les composés non polaires et légèrement polaires et notamment pour ceux dont l'élution se produit entre le n-hexane et le n-hexadécane (cf. définition du COVT selon la norme NF ISO 16000-6). Par exemple, le méthanol et l'éthanol, solvants fréquemment rencontrés dans la composition des produits d'entretien, sont considérés comme des composés organiques très volatils et ne sont pas détectables par la technique analytique employée.

Les COV ont été identifiés par comparaison avec des bibliothèques de spectres de masses internes au laboratoire et internationales. Les principaux COV identifiés ont été quantifiés en utilisant leur propre facteur de réponse (étalonnage spécifique) ou, par défaut, en utilisant le facteur de réponse du toluène (concentration exprimée en équivalent toluène).

La limite d'identification (LI) correspond à la valeur à partir de laquelle tous les composés détectés sont identifiés et quantifiés. Elle a été fixée à  $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$  en équivalent toluène pour le premier prélèvement réalisé pour chaque essai, pour l'ensemble des produits testés à l'exception de l'encre de Chine et du feutre effaçable pour tableau (LI fixée à  $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

La concentration en COV totaux (COVT) a été calculée selon la définition de la norme NF ISO 16000-6, pour les composés éluant entre le n-hexane et le n-hexadécane (inclus), comme la somme des COV identifiés et non identifiés quantifiés avec le facteur de réponse du toluène.

A titre indicatif, la somme totale des composés organiques semi-volatils (COSV) est également précisée, en équivalent toluène.

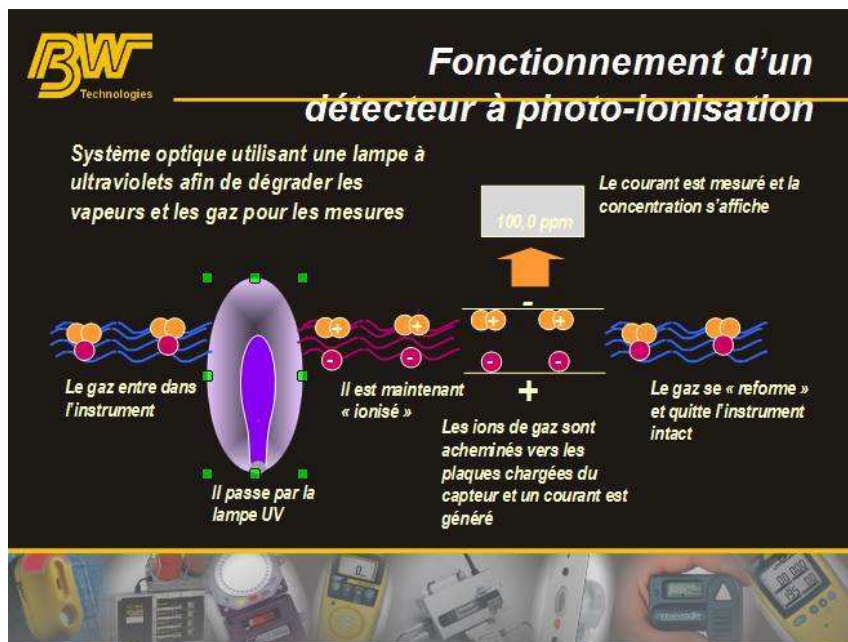
Les prélèvements ont été réalisés au cours de cette étude à un débit de 100 mL/min durant 30 minutes pour les COV.

L'incertitude liée à la mesure des COV selon la norme NF ISO 16000-6 est estimée à 15 %, d'après les résultats de différents essais interlaboratoires annuels auxquels le laboratoire Pollem participe avec succès.

Les conditions analytiques classiques sont présentées dans le Tableau 4.

## 6.3) Détecteur portatif

### 6.3.1) Fonctionnement d'un détecteur à photo-ionisation



### 6.3.2) Tableau des potentiels d'ionisation



#### List of Ionization Potentials



Name	Formula	Ionization Potential (eV)
Methane	CH <sub>4</sub>	12.48
Oxygen	O <sub>2</sub>	12.08
Water	H <sub>2</sub> O	12.59
Arsine	AsH <sub>3</sub>	10.5
Phosphine	PH <sub>3</sub>	10.1
<b>Mercury</b>	<b>Hg<sup>o</sup></b>	<b>10.4</b>
<i>Benzene</i>	<i>C<sub>6</sub>H<sub>6</sub></i>	<i>9.24</i>
Toluene	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>	8.82
O-Xylene	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	8.56
Ethylene	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	10.15
Hydrogen telluride	H <sub>2</sub> Te	9.14
Germane	GeH <sub>4</sub>	10.53

Advances in Analytical Separations 7



### 6.3.3) Facteurs correctifs détecteur portatif

GAS	LEI CORRECTION FACTORS - Calibrated to Methane= 100											
	Micropl 75 RS	CF	RF	CF	RF	CF	RF	CF	RF	CF	RF	CF
Methane	100	1	100	1	100	1	100	1	100	1	100	1
Propane	60	1.67	60	1.67	60	1.67	60	1.67	65	1.54	65	1.54
N-Butane	70	1.43	70	1.43	60	1.67	60	1.67	65	1.54	65	1.54
N-Pentane	50	1.67	50	1.67	55	1.82	50	2	55	1.81	55	1.81
N-Hexane	N/A	N/A	N/A	N/A	45	2.22	40	2.5	55	1.81	50	1.81
N-Heptane	50	2	45	2.22	45	2.22	N/A	N/A	45	2.2	N/A	N/A
N-Octane	45	2.22	40	2.5	40	2.5	N/A	N/A	35	2.8	N/A	N/A
Methanol	105	0.95	90	1.11	90	1.11	N/A	N/A	85	1.18	N/A	N/A
Ethanol	80	1.25	70	1.43	70	1.43	N/A	N/A	85	1.18	N/A	N/A
iso Propyl Alcohol	60	1.67	55	1.82	55	1.82	N/A	N/A	65	1.54	N/A	N/A
Acetylene	95	1.05	80	1.25	80	1.25	N/A	1.25	90	1.11	90	1.11
1,3 Butadiene	N/A	N/A	55	1.82	55	1.82	55	1.82	60	1.67	60	1.67
Carbon Monoxide	N/A	N/A	110	0.91	110	0.91	105	0.95	120 na	1.67	N/A	N/A
Acetone	65	1.54	65	1.54	65	1.54	N/A	N/A	70	1.42	N/A	N/A
Methyl Ethyl Ketone	55	1.82	50	2	50	2	N/A	N/A	55	1.81	N/A	N/A
Toluene	55	1.82	45	2.22	45	2.22	N/A	N/A	40	2.5	N/A	N/A
Ethyl Acetate	50	2	50	2	50	2	N/A	N/A	55	1.81	N/A	N/A
Hydrogen	125	0.8	105	0.95	105	0.95	100	1	110	0.91	110	0.91
Ammonia	N/A	N/A	125	0.8	125	0.8	125	0.8	140	0.71	140	0.71
Cyclo Hexane	60	1.67	55	1.82	55	1.82	50	2	50	2	50	2
Leaded Petrol	N/A	N/A	55	1.82	55	1.82	N/A	N/A	60	1.67	N/A	N/A
Unleaded Petrol	55	1.82	55	1.82	55	1.82	N/A	N/A	60	1.67	N/A	N/A
Ethylene	100	1	90	1.11	85	1.18	85	1.18	90	1.11	95	1.05

*FC Calibr d'expérimenteur du gazolent micros*

\* - T90 For Ammonia is extended  
 C - Filtered sensor  
 RS - Relative Sensitivity  
 CF - Correction Factor

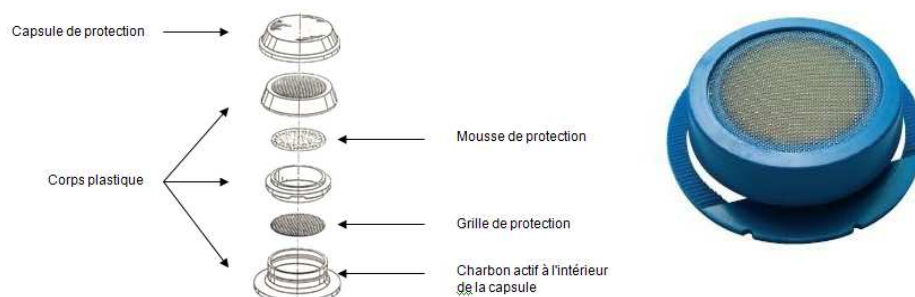
The results are intended for guidance only. For the most accurate measurements an instrument should be calibrated using the gas.

### 6.3.4) Méthodes de détection de COV

- Tubes réactifs colorimétriques. Il s'agit d'un système composé d'une pompe d'échantillonnage manuelle et de tubes réactifs colorimétriques spécifiques des gaz à détecter (400 gaz détectables). Ce système permet notamment de prévenir la présence de gaz toxiques ou asphyxiants.

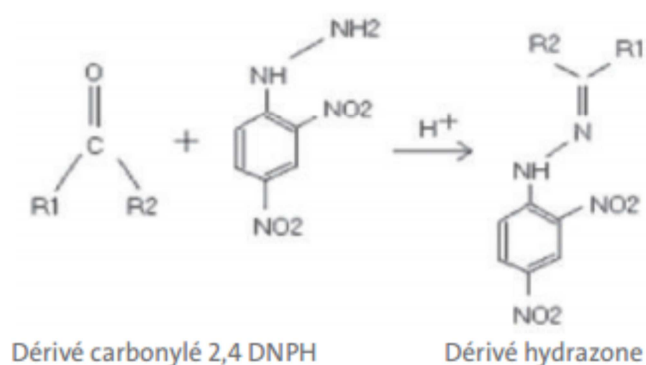


- Le badge GABIE est un autre moyen de détection des COV. Son principe est de capturer les COV dans l'atmosphère par diffusion à une vitesse dépendant de la substance analysée. En fait, les COV sont absorbés par du charbon actif placé au fond du badge.



- Cartouches

- cartouche à silice imprégnée DNPH (dinitrophénylhydraz), limitée cependant aux composés carbonylés. Le dérivé carbonylé est capté dans l'air avec la silice imprégnée qui réagit avec le DNPH. Le dérivé hydrazone est ensuite prélevé puis mis en solution en laboratoire. Cette méthode permet alors d'obtenir la concentration en composé carbonylé dans l'air.



- Cartouche de charbon actif qui prélève les COV. On peut ensuite déterminer leur nature par chromatographie en phase gazeuse ou spectrométrie de masse et ionisation de flamme.



Tube charbon actif 50/100 -MAT001

Le tableau ci-dessous récapitule les différentes méthodes de détection des COV :

Moyen de détection	Tube de réactifs colorimétriques	Badge GABIE ou cartouche avec pompe	Détecteur portatif de COV
Fréquence d'échantillonnage	Analyse moyennée sur une journée de travail, comparaison aux valeurs limites d'exposition	Analyse moyennée sur une journée de travail, comparaison aux valeurs limites d'exposition	Analyse en continu, suivi de l'évolution dans le temps
Délai	Instantané	Envoi au labo	Instantané
Spécificité	1 tube par famille de molécules	Détermination de la concentration de chaque COV	Concentration globale en COV
Limite de détection	LD basse	Prélèvement avec concentration  diminue les limites de détection	LD élevée :

## 6.4) CPG-masse

---

### 6.4.1) Protocole de détection de COV par CPG-masse

---

*Matériel utilisé :*

- Vials
- Peinture
- Seringue à gaz
- Seringues en plastique
- Machine CPG-masse et logiciel associé

*Protocole :*

- Préparer les conditions expérimentales sur la machine (temps, température...).
- Insérer de la peinture dans des vials à l'aide de seringues en plastique. Veiller à ne pas en déposer sur le haut du vial pour éviter le dépôt de peinture sur le capillaire quand on va la prélever.
- Mettre en milieu la seringue à gaz avec de l'air
- Prélever sans toucher la peinture le gaz de tête, puis l'introduire dans la machine à l'aide de la seringue à gaz. Laisser tourner l'expérience le temps imparti.
- Analyser le spectre de masse obtenu en le comparant avec la banque de donnée du logiciel.

### 6.4.2) CPG-masse Saturne 2100T

---

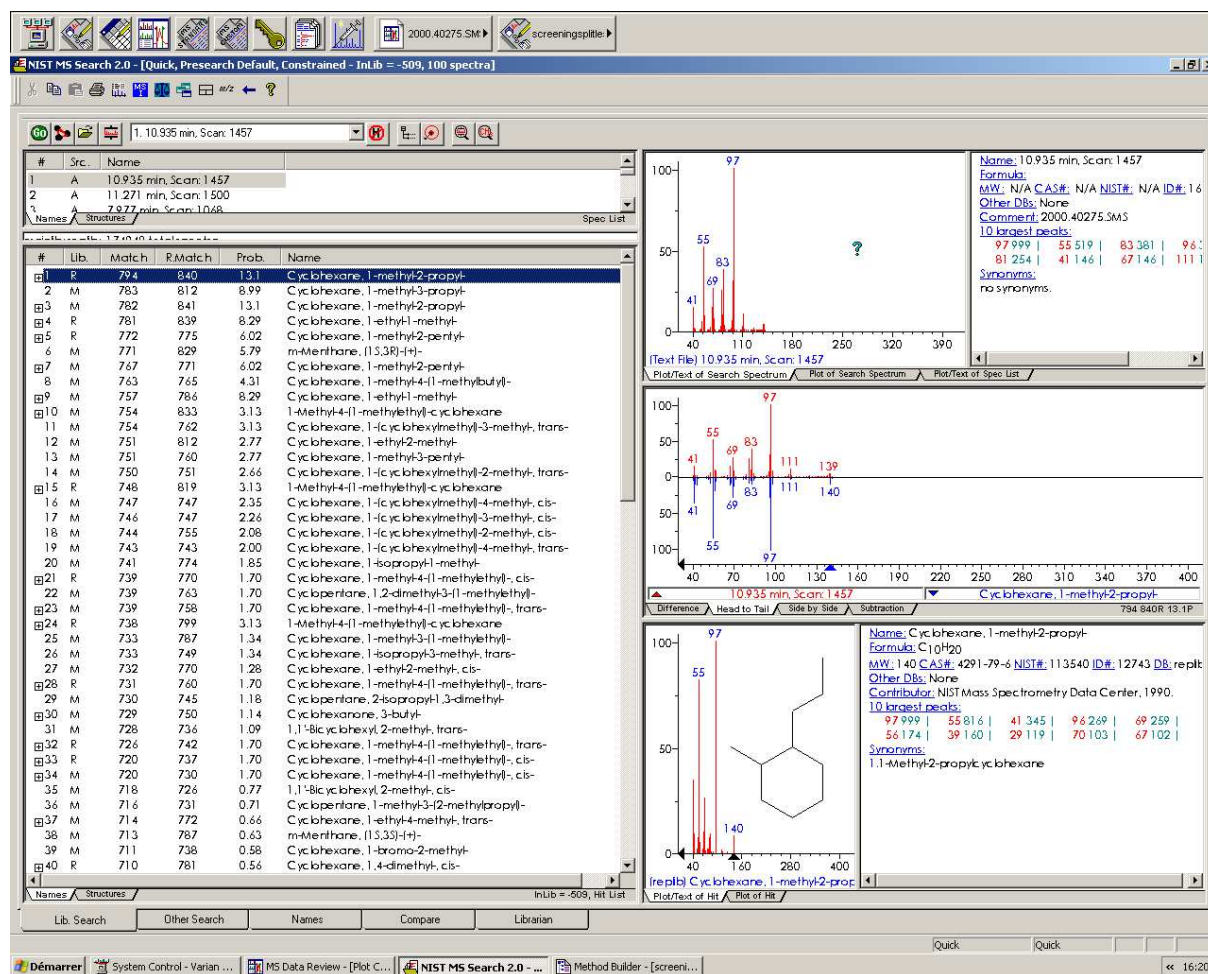


### 6.4.3) Cyclohexane peinture foncée

The screenshot displays the NIST MS Search 2.0 interface. The main window shows a search result for Cyclohexane, 1-ethyl-1-methyl-. The search parameters are: Name: Cyclohexane, 1-ethyl-1-methyl-; Formula: C<sub>9</sub>H<sub>18</sub>; MW: 126; CAS#: 4924-90-3; NIST#: 118771; ID#: 12740; DB: rept; Other DBs: None; Contributor: NIST Mass Spectrometry Data Center, 1990. The search results table lists various matches with their respective retention times, scan numbers, and probabilities. The top match is Cyclohexane, 1-ethyl-1-methyl- with a retention time of 11.173 min and a scan number of 1492. The mass spectrum plot shows relative intensity versus m/z, with a base peak at m/z 97. The chemical structure of Cyclohexane, 1-ethyl-1-methyl- is shown as a cyclohexane ring with an ethyl group and a methyl group attached to the same carbon atom.

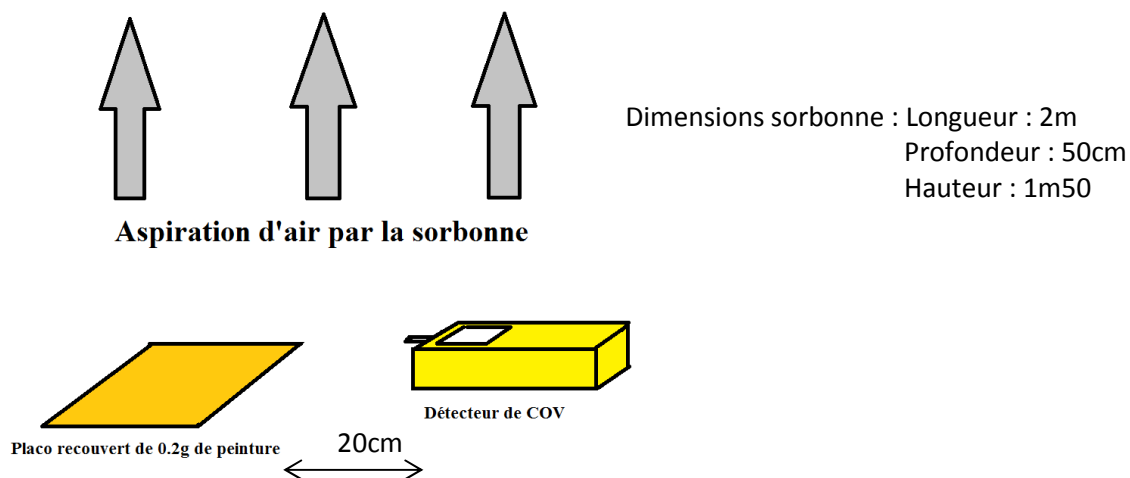
#	Lib.	Match	R.Match	Prob.	Name
1	R	847	897	33.1	Cyclohexane, 1-ethyl-1-methyl-
2	R	825	860	13.1	Cyclohexane, 1-methyl-2-propyl-
3	M	815	862	13.1	Cyclohexane, 1-methyl-2-propyl-
4	M	814	845	33.1	Cyclohexane, 1-ethyl-1-methyl-
5	M	813	866	8.72	Cyclohexane, 1-ethyl-2-methyl-
6	R	798	830	13.1	Cyclohexane, 1-methyl-2-propyl-
7	M	797	820	5.02	Cyclohexane, 1-methyl-3-propyl-
8	M	782	788	3.04	Cyclohexane, 1-methyl-2-pentyl-
9	M	776	826	2.39	1-Ethyl-3-methylcyclohexane (c.i.)
10	R	775	851	2.30	Cyclohexane, 1,1-dimethyl-
11	M	775	791	2.30	3-Hexene, 3-ethyl-2,5-dimethyl-
12	M	775	783	2.30	Cyclohexane, 1-methyl-3-pentyl-
13	M	774	824	2.21	cis-1-Ethyl-3-methylcyclohexane
14	R	774	779	3.04	Cyclohexane, 1-methyl-2-pentyl-
15	M	769	831	1.78	m-Menthane, [(1,3,8)-H]-
16	M	768	801	1.71	Cyclohexane, 1-ethyl-2-methyl, cis-
17	M	768	787	1.71	Cyclohexane, 1,2-dimethyl-3-(1-methylethyl)-
18	R	767	794	1.64	Cyclohexane, 1-ethyl-4-methyl, trans-
19	M	762	814	1.64	Cyclohexane, 1-ethyl-4-methyl, trans-
20	R	759	774	1.22	Cyclohexane, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-, trans-
21	M	756	772	1.22	Cyclohexane, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-, trans-
22	M	756	769	1.08	Cyclohexane, 1-isopropyl-3-methyl, trans-
23	M	754	801	1.00	Cyclohexane, 1-ethyl-4-methyl, cis-
24	M	753	813	0.96	Cyclohexane, 1-methyl-3-(1-methylethyl)-
25	M	752	777	0.92	Cyclohexane, 1-isopropyl-1-methyl-
26	R	751	813	0.88	1-Methyl-4-(1-methylethyl)cyclohexane
27	R	750	826	0.85	Cyclohexane, 1,4-dimethyl, cis-
28	M	750	822	0.88	1-Methyl-4-(1-methylethyl)cyclohexane
29	M	750	772	0.85	Cyclohexanone, 3-butyl-
30	R	748	763	0.78	Cyclohexane, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-, cis-
31	R	746	778	1.00	Cyclohexane, 1-ethyl-4-methyl, cis-
32	M	746	778	0.72	2-Hexene, 3,4,4-trimethyl-
33	R	745	815	0.88	1-Methyl-4-(1-methylethyl)cyclohexane
34	M	744	803	0.67	Ethanone, 1-(1-methylcyclohexyl)-
35	R	742	771	1.00	Cyclohexane, 1-ethyl-4-methyl, cis-
36	M	741	763	0.59	1-Ethyl-4-methylcyclohexane
37	R	740	810	0.56	Cyclohexane, 1,4-dimethyl, trans-
38	R	740	774	0.56	Cyclohexane, 1,3-dimethyl, trans-
39	R	739	764	1.22	Cyclohexane, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-, trans-
40	M	737	809	0.56	Cyclohexane, 1,3-dimethyl, trans-

## 6.4.4) Cyclohexane peinture orange



## 6.5) Protocole 1 : Sorbonne

Schéma



*Matériel utilisé :*

- Plaque de placo
- Détecteur portatif
- Peinture

*Manipulations*

-Peindre une zone de 7,5\*7,5 cm de placo avec 0,2g environ de peinture.

-Allumer le détecteur

-Placer la plaque sous sorbonne, et poser le détecteur à quelques centimètres

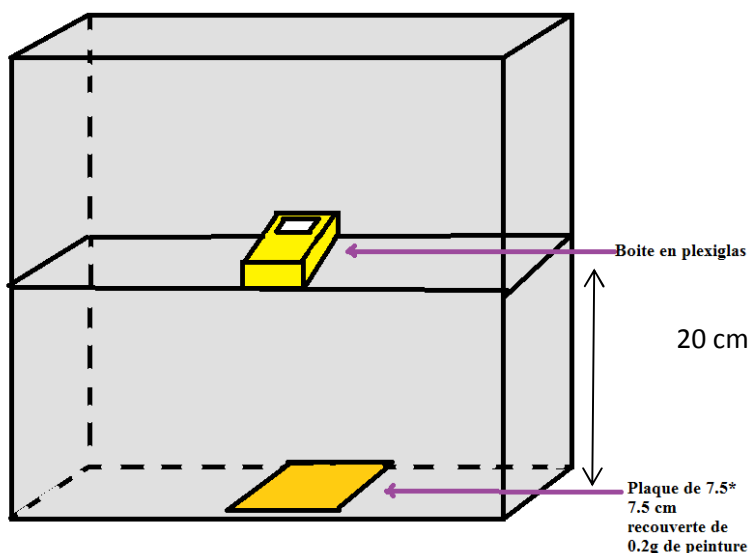
*Nous avons choisi la peinture blanche : c'est une peinture extérieure qui sèche donc plus rapidement. Cette peinture serait donc plus pratique dans nos expériences futures. Nous avons choisi de faire cette expérience sous sorbonne, car dans nos essais initiaux sur le détecteur, l'alarme se déclenchait au bout de quelques minutes seulement car l'espace était trop petit et les COV ne pouvaient pas s'échapper.*

## 6.6) Protocole 2 : Boite en plexiglas

---

*Schéma*

Dimensions : 30 cm<sup>3</sup>



*Matériel utilisé :*

- Plaque de placo
- Détecteur portatif
- Peinture

## Manipulations

-Peindre une zone de 7,5\*7,5 cm de placo avec 0,2g environ de peinture.

-Allumer le détecteur

-Placer la plaque dans la boîte, et placer le détecteur au-dessus

*Dans nos précédentes expériences, nous n'avons pas utilisée cette boîte, car malgré la faible quantité de peinture que nous utilisons, le détecteur sature très vite. Cette fois nous n'avons pas le choix, car nous ne pouvons pas humidifier suffisamment un espace plus grand. Dans cette expérience, nous allons donc comparer le temps que met le détecteur à saturer dans un environnement humide, puis dans un environnement sec.*

## 6.7) Protocole 3 : Enceinte climatique

### Schéma

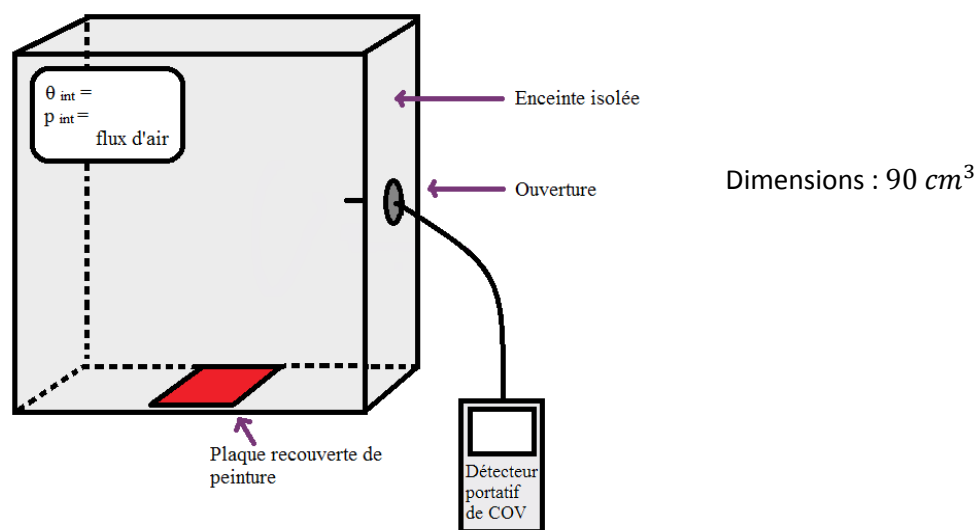


Schéma du montage

### Matériel utilisé

- Plaque de placo
- Détecteur portable
- Câble adapté au détecteur
- Bouchon pour fermer l'ouverture et laisser un trou pour le passage du câble
- Peinture

### Manipulations :

- Régler les paramètres de la machine :
  - température

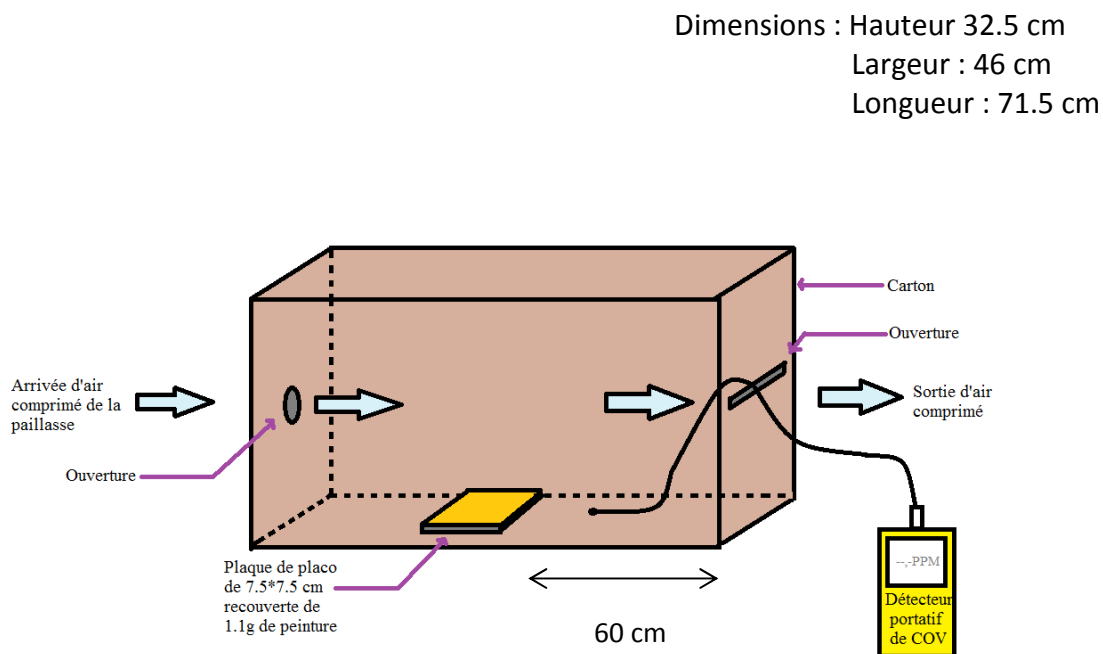


- humidité
- turbine (flux d'air)

- Introduire le câble en plastique dans la machine par un trou prévu à cet effet. Ce câble sera connecté ultérieurement au détecteur
- Poser une plaque de placo sur la balance et la tarer
- Verser un fond de peinture dans le récipient et peindre dans le carré délimité à l'aide du rouleau. Etaler 0.2 g de peinture.
- Etalonner le détecteur portatif
- Relier le détecteur au câble dont une partie est déjà introduite dans la machine.
- Placer rapidement la plaque peinte dans la machine
- Déclencher le détecteur pour commencer l'étude des émissions des COV. Laisser l'expérience se poursuivre pendant 20 minutes.

## 6.8) Protocole 4 : Boite en carton arrivée d'air

### Schéma



### Matériel utilisé

- Plaque de placo
- Détecteur portatif

- Câble adapté au détecteur
- Boite en carton
- Tuyau
- Peinture

### Manipulations

- Installer le matériel dans un laboratoire muni d'une arrivée d'air comprimé ou de vide
- S'assurer que le flux d'air est constant (être seuls à manipuler dans la salle de labo)
- Installer la boite en carton sous la hotte aspirante et brancher le tuyau d'arrivée d'air
- Peindre une zone de peinture sur le placo avec une masse de 1,1g
- Placer le tuyau d'arrivée d'air dans le carton ainsi que le tuyau du détecteur
- Introduire la plaque de placo peinte dans le carton et déclencher le détecteur

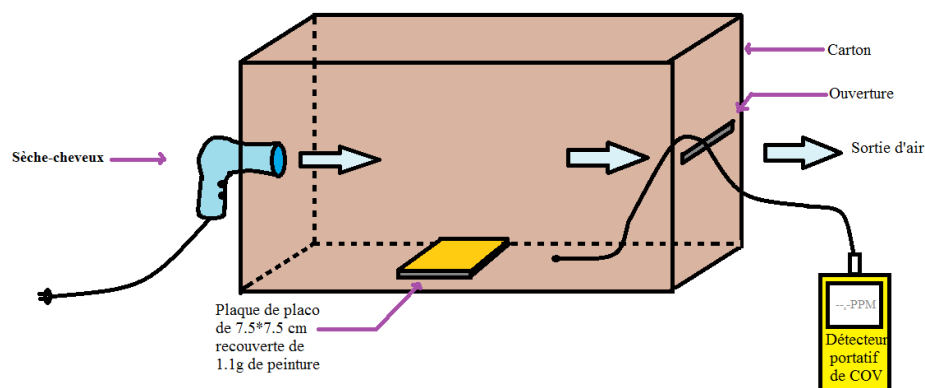
L'expérience va durer 35 min afin que la quantité de COV revienne à 5 ppm. Afin de vérifier la répétabilité de l'expérience et de nos résultats, nous avons effectué 2 expériences dans les mêmes conditions.

### 6.9) Boite en carton sèche-cheveux

#### Schéma

Dimensions : Hauteur 32.5 cm  
Largeur : 46 cm  
Longueur : 71.5 cm

Schéma du montage



#### Matériel :

- Plaque de placo
- Détecteur portatif
- Câble adapté au détecteur
- Boite en carton
- Tuyau
- Peinture
- Sèche-cheveux à air chaud et froid
- Thermomètre

### *Manipulations*

- Installer la boite en carton sous la hotte aspirante et placer le sèche-cheveux, sur la position air chaud ou air froid, dans l'ouverture du carton
- A l'aide d'un thermomètre, mesurer la température dans le carton afin qu'elle se stabilise avant de commencer l'expérience
- Peindre une zone de peinture sur le placo avec une masse de 1,1g
- Placer le tuyau du détecteur dans le carton
- Introduire la plaque de placo peinte dans le carton et déclencher le détecteur

L'expérience va durer 25 min afin que la quantité de COV revienne à 3 ppm. Afin de vérifier la répétabilité de l'expérience et de nos résultats, nous avons effectué, dans les mêmes conditions, 3 expériences en mettant le sèche-cheveux sur la position air froid, et 2 expériences en mettant le sèche-cheveux sur la position air chaud. Sur la position air froid, la température dans le carton est de 26°C. Sur la position air chaud, elle est de 45°C.