

Méthode analytique

Détermination de l'isocyanurate de triglycidyl (TGIC) dans l'air par LC-MS

Responsable technique de la méthode

Pierre-Luc Cloutier, M. Sc., Chimiste

Personne(s) ayant contribué à la présente version de cette méthode

Simon Aubin, M. Sc., Chimiste, CIH, ROH

Marielle Carrier, technicienne de laboratoire

Sébastien Gagné, M. Sc., Chimiste

MÉTHODES DE
LABORATOIRES

MA-364



Avis de non-responsabilité

L'IRSST ne donne aucune garantie relative à l'exactitude, la fiabilité ou le caractère exhaustif de l'information contenue dans ce document. En aucun cas l'IRSST ne saurait être tenu responsable pour tout dommage corporel, moral ou matériel résultant de l'utilisation de cette information. Notez que les contenus des documents sont protégés par les législations canadiennes applicables en matière de propriété intellectuelle. Les méthodes d'analyses ou d'étalonnage sont celles mises au point ou retenues par l'IRSST pour l'exécution de ses différents mandats. Elles peuvent requérir l'utilisation de matériels, d'opérations ou d'équipements dangereux. Ces méthodes n'ont pas pour but de mentionner tous les problèmes de sécurité associés avec leur utilisation.

C'est la responsabilité de l'utilisateur d'établir les pratiques de santé et de sécurité appropriées. L'utilisation des données incluses dans ces méthodes se fera aux seuls risques de l'utilisateur : l'IRSST se dégage de toute responsabilité relative aux erreurs ou aux dommages qui découleraient de telle utilisation et de telle application. Les hyperliens qui apparaissent dans ce document ont été validés au moment de la publication.

Cette publication est disponible en version PDF sur le site Web de l'IRSST.

Dépôt légal

Bibliothèque et Archives nationales du Québec, 2021
ISBN : 978-2-89797-127-4

Lorsque imprimé, ce document est non contrôlé.
SVP vous référer au document disponible sur support informatique

No. Révision : 1 - Date de diffusion: 2021-11-04

Lorsque imprimé, ce document est non contrôlé.
SVP vous référer au document disponible sur support informatique

No. Révision : 1 - Date de diffusion: 2021-11-04

SUBSTANCE	CAS	NORMES ¹ (VEMP ²)
Isomères de l'isocyanurate de triglycidyl (TGIC)	2451-62-9	0,05 mg.m ³

¹ Règlement sur la santé et la sécurité du travail

² VEMP (Valeur d'exposition moyenne pondérée)

APPLICABILITÉ

Isocyanurate de triglycidyl (TGIC) dans l'air.

Domaine : 0,48 à 12,0 (µg/filtre)

Coefficient de détermination (r^2) ≥ 0,990

LIMITATIONS ET INTERFÉRENCES

On distingue deux types d'interférences : les effets de matrice et les composés apparentés.

Les effets de matrice peuvent trouver leur origine lors de l'ionisation des ions qui vont affecter la réponse obtenue des composés d'intérêts (suppression ou surexpression du signal). Ils peuvent aussi subvenir lors de la chromatographie et affecter la qualité de celle-ci par une déviation des temps de rétention attendus pour les composés donnés ainsi que l'asymétrie des pics chromatographiques.

Une diminution de la sélectivité de la méthode peut aussi être observée par la présence de composés apparentés éluant près du composé d'intérêt et dont l'ionisation conduit à la présence des mêmes rapports masses/charges que le composé évalué. Les ions de ces composés apparentés sont formés lors de la nébulisation et l'ionisation de ceux-ci à la sortie du chromatographe et sont suffisamment stables une fois ionisé pour parcourir l'ensemble de l'analyseur et atteindre le détecteur. L'aire du pic calculée peut ainsi être surévaluée et/ou mal interprété.

Plusieurs stratégies permettent d'éliminer et/ou de diminuer ces interférences. Les stratégies principales utilisées dans cette méthode d'analyse pour diminuer ou éliminer les interférences sont :

- ▶ L'ajout d'un étalon interne aux solutions d'étalonnage et aux échantillons,
- ▶ Une dilution de l'échantillon pour diminuer les effets de matrice observés.

Des biais associés au prélèvement peuvent être obtenus et peuvent être d'origines diverses. Une saturation ou une désorption des composés d'intérêts avec le filtre peut être observé dû à un volume d'échantillonnage trop élevé ou à un prélèvement trop chargé. Il est important de considérer tout élément pertinent lors du prélèvement afin de cibler les interférences le plus efficacement possible avant le traitement de l'échantillon et l'interprétation des résultats.

Il peut s'avérer qu'une interférence soit impossible à résoudre, causant une sous-estimation ou une surestimation du résultat. Une note au rapport est alors émise à cet effet.

PRÉLÈVEMENT

1) Système d'échantillonnage

Support	Filtre CPV-Accu-Cap™, 5 µm, 37 mm, pré-pesé
Type de dispositif	Cassette 2 pièces en polypropylène avec support de cellulose 37 mm

Consigne : Un échantillon-témoin contenant un filtre provenant du même lot doit être prévu.

Remarque : L'analyse gravimétrique est effectuée pour cette analyse tel que décrit à la section *Préparation du matériel*.

2) Conditions de prélèvement recommandées

Débit : 2,0 L.min⁻¹

Temps d'échantillonnage : 2 heures (120 min)

Volume d'échantillonnage : 240 litres (L)

3) Durée de conservation testée et validée des échantillons

4 semaines; stable à température ambiante

4) Entreposage du matériel

À température ambiante.

Durée maximale : 5 ans

5) Détails

Retirer les bouchons de la cassette et relier la partie arrière (bouchon rouge) à l'aide d'un tube flexible à la pompe.

Procéder à l'échantillonnage selon le débit et la durée recommandée.

Après l'échantillonnage, replacer les bouchons sur la cassette et bien emballer pour l'expédition.

Pour plus d'information sur l'échantillonnage, se référer au *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail* ¹

Commentaires :

Les conditions pour les prélèvements sont des conditions recommandées. Elles peuvent être modifiées en cas de besoin sans pour autant affecter la qualité des résultats fournis.

RÉACTIFS ET ÉTALONS

- Isomères de l'isocyanurate de triglycidyl (TGIC), (CAS 2451-62-9)
- Isomères de l'isocyanurate de triglycidyl (TGIC-D₁₅) deutérés
- Acétate de sodium trihydraté, grade ACS ou supérieur, (CAS 6131-90-4)
- Acide formique Optima, grade LC/MS ou supérieur, (CAS 64-18-6)
- Acétone Optima, grade ACS ou supérieur, (CAS 67-64-1)
- Eau Optima, grade LC/MS ou supérieur
- Acétonitrile Optima, grade LC/MS ou supérieur, (CAS 75-05-8)
- Méthanol Optima, grade LC/MS ou supérieur, (CAS 67-56-1)
- Argon (pureté > 99,998 %)
- Acide sulfurique, grade ACS ou supérieur, (CAS 7664-93-9)

APPAREILLAGE ET MATÉRIEL

- Pincettes avec pointes inertes pour la manipulation des filtres
- Fioles jaugées de volume approprié munies de bouchons étanches pour préparation de solutions étalons ou de contrôles
- Seringues jaugées en verre de volume approprié pour préparation de solutions étalons ou de contrôles
- Filtres Millex GV (0,22 µm, 13 mm)
- Jarres de verre de 30 mL
- Colonne chromatographique: ACQUITY UPLC BEH C18, 1,7 µm, 50 mm x 2,1 mm D.I. munie d'une pré-colonne ACQUITY UPLC BEH C18, 1,7 µm, 5 mm x 2,1 mm D.I.
- Chromatographe liquide ultra performance (UPLC)
- Spectromètre de masse triple quadripole à électronébullisation (MS/MS)
- Balance analytique
- Agitateur de laboratoire orbitale

Commentaires :

Veillez noter que l'utilisation d'une colonne équivalente peut être effectuée en tenant compte que des ajustements chromatographiques peuvent être requis.

PRÉPARATION DU MATÉRIEL**Nombre d'étapes de préparation : 2**

Étape 1	Effectuer une pré-pesée du filtre CPV-Accu-Cap™, puis l'insérer dans une cassette deux pièces en polypropylène avec support de cellulose 37 mm, avant l'envoi au client.
Étape 2	Après le prélèvement, suite au retour de la cassette au laboratoire, effectuer une pesée du filtre pour évaluer la quantité de poussière sur celui-ci.

PRÉPARATION DE L'ANALYSE**Nombre d'étapes de préparation : 11**

Étape 1	Préparer un mélange d'acétonitrile : acétone (95 :5, v/v).
Étape 2	Préparer une solution de désorption à 1,6 µg/mL de TGIC-D ₁₅ dans un mélange d'acétonitrile : acétone (95 :5, v/v).
Étape 3	Placer le filtre de l'échantillon dans une jarre de verre.
Étape 4	Ajouter 2 mL de la solution de désorption de TGIC-D ₁₅ à 1,6 µg/mL dans la jarre.
Étape 5	Pour les échantillons de contrôle qualité, effectuer les ajouts de solutions (<20 µL) de TGIC à l'aide d'une seringue directement dans les jarres contenant des filtres Accu-Cap™.
Étape 6	Agiter 30 minutes à l'aide un agitateur mécanique.
Étape 7	Ajouter 6 mL d'eau de grade LC/MS.
Étape 8	Agiter 30 minutes à l'aide un agitateur mécanique.
Étape 9	Filter les échantillons avec une seringue munie d'un filtre Millex GV (0,22 µm, 13 mm) dans un vial ambré de 2 mL.
Étape 10	Préparer des solutions de travail de TGIC allant de 0,24 µg/mL à 6,0 µg/mL en utilisant le mélange acétonitrile : acétone (95 :5, v/v) comme solvant de dilution.
Étape 11	Dans des vials de 4 mL, ajouter 500 µL de chacune des solutions de travail, 5 µL d'une solution à 160 µg/mL de TGIC-D ₁₅ et compléter avec 1495 µL d'eau de grade LC-MS pour les solutions d'étalonnage.
Étape 12	Analyser par UPLC-MS/MS les étalons, les contrôles et les échantillons.

Commentaires :

Les contrôles qualité sont préparés en présence du média d'échantillonnage, de la même manière que les échantillons et au même moment. Les étalons sont toutefois préparés en absence du média d'échantillonnage et en respectant les ratios pour les solvants de dilution utilisés (eau : solution de désorption, 3 :1, v/v).

CONDITIONS ANALYTIQUES

Technique analytique	:	Chromatographe liquide ultra performance couplé à un spectromètre de masse (UPLC-MS/MS)
Source d'ionisation/Polarité	:	ESI+
Pompe	:	Quatenaire
Colonne/Température	:	ACQUITY BEH C18, 1,7 µm, 50 mm X 2,1 mm D. I. à 40 °C

Gradient

Éluants	A : Acétate de sodium 0,04 mM avec 0,1 % d'acide formique B : Méthanol de grade LC/MS avec 0,1 % d'acide formique	
	Temps	%A
0,0 min	85	15
0,2 min	85	15
1,5 min	40	60
2,5 min	30	70
4,0 min	30	70
4,5 min	85	15
6,0 min	85	15

Débit	:	0,5 mL/min
Standard interne	:	TGIC-D15
Débit de gaz de désolvatation	:	1000 L/ h (azote)
Température de la source	:	150 °C
Température de désolvatation	:	500 °C
Capillaire	:	1,0
Volume d'injection	:	0,3 µL

Temps de rétention et transitions :

Analyte	RT / min	Transition de quantification [M+Na] ⁺ (1)	Voltage au cône (V)	Énergie de collision (V)	Transition [M+H] ⁺ (2)	Voltage au cône (V)	Énergie de collision (V)
ISTD-TGIC-D ₁₅	1,22	335,2 > 335,2	35	2			
TGIC	1,22	320,2 > 320,2	35	2	298,1 > 130,1	38	18

- (1) La quantification est effectuée sur les adduits de sodium seulement [M+Na]⁺. Une faible énergie de collision et la même masse/charge est utilisée en MS1 et en MS2 pour les adduits de sodium plutôt qu'une transition, due à une plus grande abondance du signal (mode ion survivant).
- (2) Une transition du TGIC protoné est utilisée afin de vérifier que la majorité du TGIC se retrouve sous forme adduit de sodium. Seul le TGIC est évalué pour cette transition.

Note : Les temps de rétention sont approximatifs et peuvent varier en fonction des conditions et du système chromatographique utilisé. Les transitions fournies sont à titre informatif seulement. Les paramètres d'ionisation et de collision sont fournis à titre informatif seulement dus aux variations de nomenclature et de valeur d'un fabricant de spectromètre de masse à l'autre. Les standards devraient être infusés afin de documenter ces paramètres et confirmer les paramètres cités plus haut.

ÉTALONNAGE

La concentration de l'échantillon est déterminée par une équation de type polynomiale tel qu'indiqué ici-bas :

$$Ratio = A(\mu g)^2 + B(\mu g) + C$$

Où :

- Ratio = Signal normalisé par l'étalon interne pour le TGIC
 [μg] = Quantité de TGIC dans le filtre échantillonné, en μg/filtre

Commentaires :

La quantité de TGIC déterminée dans l'échantillon doit se situer dans le domaine de l'étalonnage de la méthode analysée. S'il s'avère que la quantité de TGIC dans l'échantillon est supérieure à la quantité la plus élevée de ce domaine, une dilution appropriée de l'échantillon est effectuée, puis l'analyse est réalisée de nouveau en tenant compte du facteur de dilution lors des calculs.

CALCULS ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calcul de la concentration du TGIC pour l'échantillon d'air :

$$\mu g = \frac{-B + \sqrt{B^2 - 4A * (C - ratio)}}{2A}$$

Où :

- μg = Quantité de TGIC dans le filtre échantillonné, en $\mu g/\text{filtre}$
- A, B, C = Facteurs obtenus de la droite d'étalonnage de type polynomiale
- Ratio = Signal normalisé par l'étalon interne pour le TGIC

$$[\mu g/m^3] = \frac{\mu g}{V}$$

Où :

- $\mu g/m^3$ = Concentration de TGIC dans l'échantillon d'air, en $\mu g/m^3$
- μg = Quantité de TGIC dans le filtre échantillonné, en $\mu g/\text{filtre}$
- V = Volume en m^3

VALIDATION

Remarque : Ces données de validation représentent la performance de la méthode au moment de sa publication. Pour les valeurs à jour de certaines données, consulter le site Web de l'IRSST.

Limite de détection et Limite de quantification

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	LIMITE DE DÉTECTION ($\mu g.\text{filtre}^{-1}$)	LIMITE DE QUANTIFICATION ($\mu g.\text{filtre}^{-1}$)
TGIC	0,02	0,07

Précision (Fidélité)

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	RÉPLICABILITÉ (%)	RÉPÉTABILITÉ (%)
TGIC	0,92 %	3,0 %

Justesse

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	JUSTESSE (%)
TGIC	99,8 %

Récupération

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	RÉCUPÉRATION (%)
TGIC	104 %

Incertitude analytique

Remarque : Cette donnée représente la performance de la méthode au moment de sa publication. Pour la valeur d'incertitude analytique à jour, consulter le site web de l'IRSST.

L'incertitude de mesure analytique (CV_a) de la méthode est déterminée à partir de résultats individuels obtenus sur des échantillons soumis à l'ensemble de la procédure analytique. Celle-ci ne tient pas compte d'un seuil de probabilité (95 %, par exemple), ni de la contribution de l'incertitude associée à l'échantillonnage.

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	CV_a (%)
TGIC	4,3 %

Pour information supplémentaire sur la détermination des incertitudes, se référer au *Document Explicatif pour éléments de validation de méthodes*, I-G-041, de la Direction des Laboratoires de l'IRSST.

RÉFÉRENCES

- Drolet, D. et Beauchamp, G. (2012). *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail - Guide technique T-06*. Montréal : Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail, . Tiré de <http://www.irsst.qc.ca/media/documents/PubIRSST/T-06.pdf>
- Gagne, S., Carrier, M., & Aubin, S. (2015). Determination of triglycidyl isocyanurate from air samples by ultra-performance liquid chromatography coupled with coordination ion spray mass spectrometry. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 29(10), 913-918. doi:10.1002/rcm.7177
- Loi sur la santé et la sécurité du travail. L.R.Q., Chapitre S-2.1.* (2018). Tiré de <http://legisquebec.gouv.qc.ca/fr/showdoc/cs/S-2.1>
- Nissan Chemicals. (1991). *Sampling method of dust and determination of TGIC in the dust*. Tiré de Nissan, Tokyo, Japan.
- Règlement sur la santé et la sécurité du travail, Chapitre S-2.1, r. 13.* (2018). : . Tiré de <http://legisquebec.gouv.qc.ca/fr/showdoc/cr/S-2.1,%20r.%2013>
- White, J. (2004). Determination of Triglycidyl Isocyanurate from Powder Coatings in Occupational Hygiene Samples by Gas Chromatography with Mass Spectrometric Detection. *The Annals of Occupational Hygiene*, 48(6), 555-563. doi:10.1093/annhyg/meh046