

Bostik SA
253 rue du Président Wilson
93211 La Plaine St Denis Cedex
FRANCE

Eurofins Product Testing A/S
Smedeskovvej 38
8464 Galten
Denmark

VOC@eurofins.com
www.eurofins.com/VOC-testing

RAPPORT D'ESSAI

AgBB

19 avril 2016

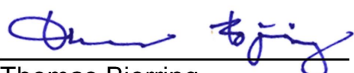
1 Informations relatives à l'échantillon

Nom de l'échantillon	MC 200 Chantier
Numéro de lot	-
Date de production	23/10/2015
Type de produit	Adhésif pour carrelage
Date de réception	24/02/2016

2 Résumé de l'évaluation des résultats

Réglementation / Protocole	Conclusion	Version de la réglementation ou du protocole
AgBB	Satisfaisant	AgBB de février 2015 , DIBt d'octobre 2010

Le détail complet des tests et des valeurs limites est disponible pages suivantes.



Thomas Bjerring
Analytical Service Manager

Table des matières

1	Informations relatives à l'échantillon	1
2	Résumé de l'évaluation des résultats	1
3	Méthodes de tests utilisées	3
3.1	Documents de référence	3
3.2	Descriptif succinct des méthodes de test et d'analyses suivies	3
4	Paramètres d'essai, préparation de l'échantillon et déviations	4
4.1	Paramètres de la Chambre d'essai d'émission COV	4
4.2	Préparation de l'échantillon	4
4.3	Photographie de l'échantillon	4
4.4	Déviations par rapport aux réglementations et protocoles de référence	4
5	Résultats	5
5.1	Résultats des tests d'émissions de COV après 3 jours	5
5.2	Résultats des tests d'émissions de COV après 28 jours	6
6	Résumé et évaluation des résultats	7
6.1	Comparaison avec les valeurs limites du AgBB	7
7	Annexes	8
7.1	Chromatogramme obtenu lors du test d'émissions après 3 jours	8
7.2	Chromatogramme obtenu lors du test d'émissions après 28 jours	8
7.3	Aide à la compréhension des résultats	9
7.4	Valeurs CLI et NIK utilisées	10
7.5	Description de la méthode de test utilisée	11
7.6	Assurance qualité	13
7.7	Accréditation	13
7.8	Incertitude de la méthode de mesure	13

3 Méthodes de tests utilisées

3.1 Documents de référence

Réglementation, protocole ou norme	Version	Limite de quantification COV [$\mu\text{g}/\text{m}^3$]	Expression de la teneur en COV totaux (COVT)	Incertitude composée ^a [RSD(%)]
CEN/TS 16516	Octobre 2013	5	Equivalent toluène	22,5%
ISO 16000 -3 -6 -9 -11	2006-2011 en fonction de la partie de la norme considérée	2	Equivalent toluène	22,5%
AgBB/DIBt	Février 2015/Octobre 2010	5	Spécifique au composé	22,5%

3.2 Descriptif succinct des méthodes de test et d'analyses suivies

Procédure	Norme de référence	Méthode interne	Limite de quantification	Méthode analytique	Incertitude ^a [RSD(%)]
Préparation de l'échantillon	ISO 16000-11:2006, EN16402:2013, CDPH, AgBB/DIBt, EMICODE	71M549810	-	-	-
Test en chambre d'essai d'émission	ISO 16000-9:2006, CEN/TS 16516:2013	71M549811	-	Contrôle de la chambre et de l'air d'alimentation de la chambre	-
Prélèvement des COV	ISO 16000-6:2011, CEN/TS 16516:2013	71M549812	5 L	Tenax TA	-
Analyse des COV	ISO 16000-6:2011, CEN/TS 16516:2013	71M542808B	1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	ATD-GC/MS	10%
Prélèvement des aldéhydes	ISO 16000-3:2011, CEN/TS 16516:2013	71M549812	35 L	DNPH	-
Analyse des aldéhydes	ISO 16000-3:2011, EN 717-1, CEN/TS 16516:2013	71M548400	3-6 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	HPLC-UV	10%

4 Paramètres d'essai, préparation de l'échantillon et déviations

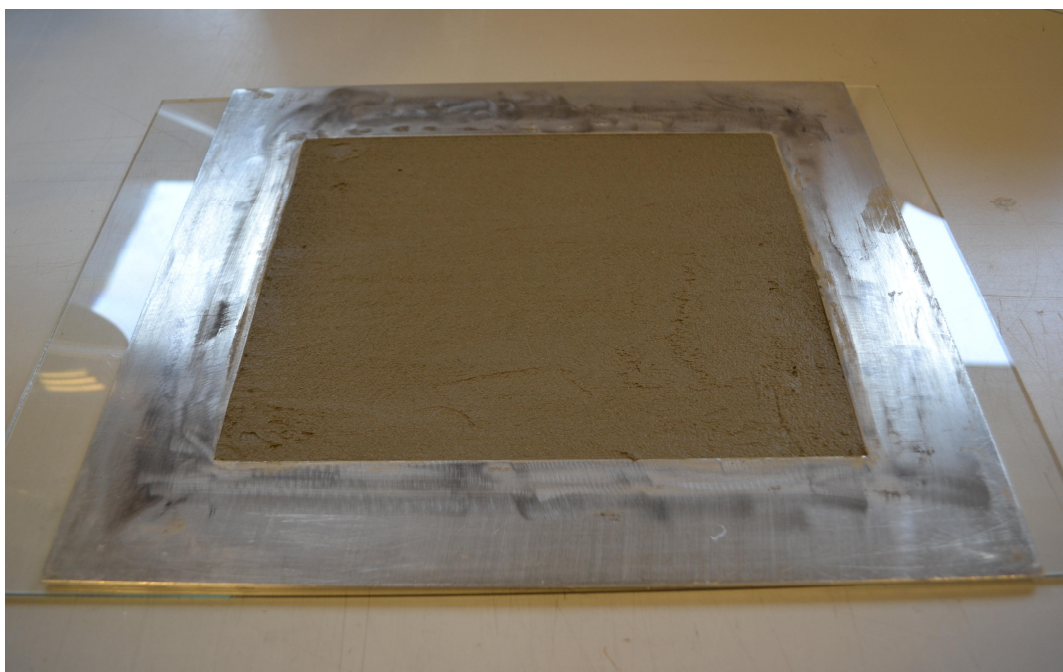
4.1 Paramètres de la Chambre d'essai d'émission COV

Paramètre	Valeur	Paramètre	Valeur
Volume de la chambre, V[L]	119	Temps de préconditionnement	-
Taux de renouvellement de l'air, n[h ⁻¹]	0,5	Périodes de mesurage	14/03/2016 - 11/04/2016
Humidité relative de l'air d'alimentation, RH [%]	50 ± 3	Débit d'air spécifique par unité de surface, q [m ³ /m ² /h]	1,25
Température de l'air d'alimentation, T [°C]	23 ± 1	Facteur de charge [m ² /m ³]	0,4

4.2 Préparation de l'échantillon

L'échantillon a été mélangé de façon homogène, 400 g de poudre dans 100 g d'eau. Une partie du mélange a été appliquée sur une plaque de verre dans un cadre afin d'obtenir une couche uniforme de 3mm d'épaisseur.

4.3 Photographie de l'échantillon



4.4 Déviations par rapport aux réglementations et protocoles de référence

Aucune déviation par rapport aux méthodes de référence n'a été signalée.

5 Résultats

5.1 Résultats des tests d'émissions de COV après 3 jours

	N° CAS	Temps de rétention [min]	ID-Cat	Conc. spéc. [µg/m³]	Équi. toluène [µg/m³]	SER ^s spéc. [µg/(m²·h)]	R _D
COV avec NIK							
1-Butanol	71-36-3	2,78	1	3200	960	4000	1,1
1,2-Propanediol (Propylèneglycol)	57-55-6	3,84	1	18	< 5	22	0,0070
Hydrocarbures aliphatiques saturés, plus grand que C9 *		11,0-13,0	2	25	25	31	0,0041
COV sans NIK							
Aucun							
Somme des COV sans NIK				< 5	< 5	< 7	
COVT				3200	980	4000	
Comp.Org. très volatils (COTV)							
Aucun							
TVVOC				< 5	< 5	< 7	
Comp.Org. semi volatils (COSV)							
Aucun							
COSVT				< 5	< 5	< 7	
Cancérogènes							
Total cancérogènes				< 1	< 1	< 2	
Aldéhydes							
Formaldéhyde	50-00-0		1	< 3	-	< 4	
Acétaldéhyde	75-07-0		1	17	-	21	0,014
Propionaldéhyde	123-38-6		1	< 3	-	< 4	
Butyraldéhyde	123-72-8		1	< 3	-	< 4	
Facteur R							1,1

5.2 Résultats des tests d'émissions de COV après 28 jours

	N° CAS	Temps de rétention [min]	ID-Cat	Conc. spéc. [µg/m³]	Équi. toluène [µg/m³]	SER ^s spéc. [µg/(m²*h)]	R _D
COV avec NIK							
1,2-Propanediol (Propylèneglycol)	57-55-6	3,81	1	5,2	< 5	6,6	0,0021
COV sans NIK							
Aucun							
Somme des COV sans NIK				< 5	< 5	< 7	
COVT				5,2	< 5	6,6	
Comp.Org. très volatils (COTV)							
Aucun							
TVVOC				< 5	< 5	< 7	
Comp.Org. semi volatils (COSV)							
Aucun							
COSVT				< 5	< 5	< 7	
Cancérogènes							
Total cancérogènes				< 1	< 1	< 2	
Aldéhydes							
Formaldéhyde	50-00-0		1	< 3	-	< 4	
Acétaldéhyde	75-07-0		1	< 3	-	< 4	
Propionaldéhyde	123-38-6		1	< 3	-	< 4	
Butyraldéhyde	123-72-8		1	< 3	-	< 4	
Facteur R							0,0021

6 Résumé et évaluation des résultats

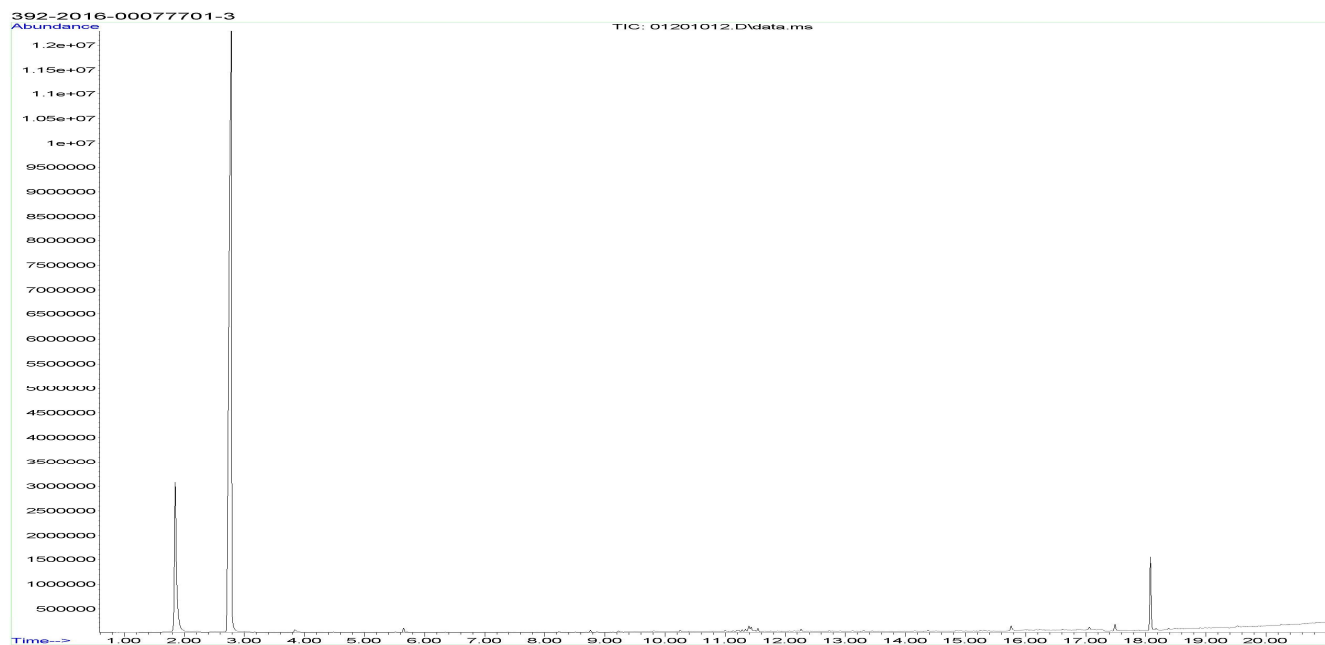
6.1 Comparaison avec les valeurs limites du AgBB

Paramètre	Test après 3 jours		Test après 28 jours	
	Concentration mg/m ³	Valeur limite mg/m ³	Concentration mg/m ³	Valeur limite mg/m ³
COVT	3,2	≤ 10	0,0052	≤ 1,0
COSVT	< 0,005	-	< 0,005	≤ 0,1
Facteur R (sans dimension)	1,1	-	0,0021	≤ 1
Somme des substances sans valeur NIK	< 0,005	-	< 0,005	≤ 0,1
Formaldéhyde	-	-	< 0,003	≤ 0,1
Total cancérogènes	< 0,001	≤ 0,01	< 0,001	≤ 0,001

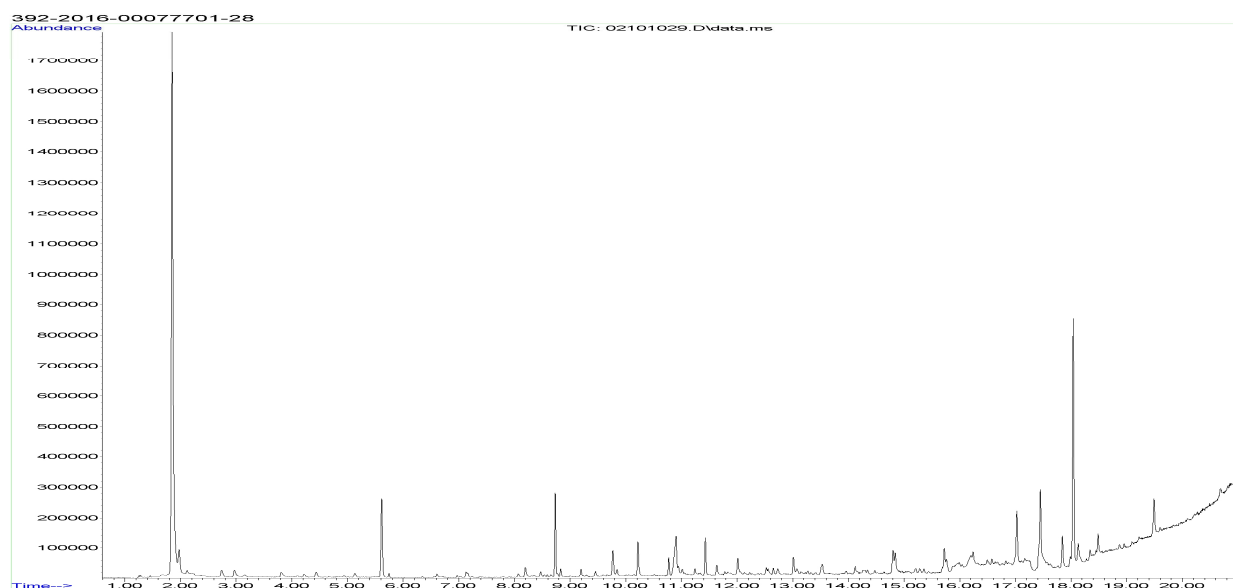
La conformité avec les valeurs limites définies par le protocole AgBB ne signifie pas que le produit est ap-prouvé par le DIBt. Il faut de surcroît procéder à une demande d'enregistrement du produit, à un audit du site et demander une autorisation. Confer www.eurofins.com/dibt-procedures.

7 Annexes

7.1 Chromatogramme obtenu lors du test d'émissions après 3 jours



7.2 Chromatogramme obtenu lors du test d'émissions après 28 jours



Merci de tenir compte des différentes échelles.

Les résultats ne sont valables que pour le(s) produit(s) testé(s).

Toute reproduction ou impression, même partielle de ce rapport, est soumise à l'autorisation écrite d'Eurofins Product Testing A/S.

7.3 Aide à la compréhension des résultats

7.3.1 Acronymes et abréviations

- < Signifie inférieur à
 - > Signifie supérieur à (Tube/GC-MS saturé)
 - * Hors champ d'accréditation
 - ± L'incertitude élargie $U_m(\%)$ est calculée comme étant égale à $2x$ RSD%. Merci de consulter la section Incertitudes dans les annexes.
 - § Ecart à la méthode. Merci de consulter le paragraphe "Déviations" ci-après.
 - a La méthode n'est pas optimale pour les composés très volatils. Pour ces substances, des concentrations sous-estimées et des incertitudes de mesure plus élevées ne sont pas à exclure.
 - b Le composé provient du support en bois utilisé et n'a donc pas été pris en compte.
 - c Les résultats ont été corrigés en tenant compte des émissions du support en bois.
 - d L'adsorbant Tenax TA et les colonnes HP-5 GC ne sont pas des supports adéquats pour une quantification précise des composés organiques très polaires. Il faut s'attendre à une incertitude de mesure élevée pour ces substances.
- SER Facteur d'émission spécifique.

7.3.2 Explication des catégories d'identification (Colonne ID-Cat)

Identification des substances (Colonne ID-Cat.):

- 1: Identifié et substance calibrée spécifiquement.
- 2: Identifié par comparaison avec un spectrogramme de masse obtenu dans une spectrothèque, identification confirmée grâce à d'autres informations. Calibré en équivalent toluène.
- 3: Identifié par comparaison avec un spectrogramme de masse obtenu dans la littérature. Calibré en équivalent toluène.
- 4: Non identifié, calibré en équivalent toluène

7.4 Valeurs CLI et NIK utilisées

7.4.1 Substances possédant une valeur LCI/CLI après 3 jours

Composé	N° CAS	AgBB 2015 NIK [µg/m ³]
1-Butanol	71-36-3	3000
1,2-Propanediol (Propylèneglycol)	57-55-6	2500
Hydrocarbures aliphatiques saturés, plus grand que C9 *	-	6000

7.4.2 Substances possédant une valeur LCI/CLI après 28 jours

Composé	N° CAS	AgBB 2015 NIK [µg/m ³]
1,2-Propanediol (Propylèneglycol)	57-55-6	2500

7.5 Description de la méthode de test utilisée

7.5.1 Chambre d'essai d'émission

La chambre d'essai d'émission utilisée pour les tests d'émission de COV est en acier inoxydable. Un nettoyage de cette dernière est effectué à plusieurs reprises avec de l'air, avant d'y introduire un quelconque échantillon. Un blanc de la chambre d'émission est ensuite effectué avant chaque essai.

Les conditions d'essai dans la chambre sont décrites dans la section "Paramètres de la Chambre d'essai d'émission COV" (CEN/TS 16516, ISO 16000-9, méthode interne n°.: 71M549811).

7.5.2 Expression des résultats

Tous les résultats sont calculés en tant que facteurs d'émission spécifique puis, par extrapolation, ils sont ensuite exprimés en concentrations dans la Pièce Européenne de Référence (CEN/TS 16516, AgBB, EMICODE, M1 et Indoor Air Comfort).

7.5.3 Mesure des substances COV cancérigènes

L'émission des substances cancérigènes (Catégories UE C1A et C1B, selon la réglementation européenne) est testée en prélevant sur des tubes en Tenax TA un échantillon d'air en sortie de la chambre du test, à une période de mesurage bien définie. L'analyse est réalisée par ATD-GC/MS (appareil de désorption thermique automatique couplé à une chromatographie en phase gazeuse et à une spectrométrie de masse, en utilisant une colonne présentant les caractéristiques suivantes : colonne HP-5 (légèrement polaire) de 30 m de long, de diamètre interne 0.25 mm avec une épaisseur de phase stationnaire de 0.25 μm , Agilent) (CEN/TS 16516, ISO 16000-6, méthodes internes n°.: 71M549812 / 71M542808B).

Toutes les substances COV cancérigènes sont indiquées dans le rapport d'essai; si un COV cancérigène n'apparaît pas dans le rapport, cela signifie qu'il n'a pas été détecté. La quantification des substances individuelles est réalisée soit en utilisant leur facteur de réponse et leur signal TIC soit en utilisant leur facteur de réponse relatif au toluène.

Cette mesure permet l'identification des seules substances qui peuvent s'adsorber sur le Tenax TA et qui peuvent être thermiquement désorbées. Si d'autres substances venaient à être émises, elles ne pourraient pas être déterminées (ou avec un niveau de confiance limité).

7.5.4 Mesure des COV, COSV et COTV

Les émissions de composés organiques volatils ont été testées en prélevant sur des tubes en Tenax TA un échantillon d'air en sortie de la chambre, à une période de mesurage bien définie. L'analyse est ensuite réalisée par ATD-GC/MS en utilisant une colonne chromatographique présentant les caractéristiques suivantes : colonne HP-5 (légèrement polaire) de 30 m de long, de diamètre interne 0.25 mm avec une épaisseur de phase stationnaire de 0.25 μm , Agilent (CEN/TS 16516, ISO 16000-6, méthodes internes n°.: 71M549812 / 71M542808B).

Toutes les substances possédant une Concentration Limite d'Intérêt, à savoir CLI/NIK, telle que définie dans les dernières publications, et ci-après dénommées substances cibles, ont été identifiées si leur présence a été confirmée. Tous les autres COV détectés sont identifiés dans la mesure du possible. La quantification des substances cibles est effectuée en utilisant le signal TIC et le facteur de réponse spécifique de ces substances ou bien en utilisant leur facteur de réponse relatif au toluène. Pour certaines familles de substances, qui diffèrent significativement du toluène d'un point de vue chimique, la quantification est réalisée relativement à un membre représentatif de la famille de substances considérée afin d'obtenir des résultats plus précis. Ceci peut par exemple inclure la quantification de glycols et d'acides. Par ailleurs, tous les résultats sont exprimés aussi en équivalent toluène. Toutes les autres substances (non cibles), ainsi que toutes les substances non identifiées, sont quantifiées en équivalent toluène.

Les résultats des analyses des substances individuelles ont été séparés en trois groupes en fonction de leur

temps de rétention lorsque l'analyse s'effectue avec une colonne non-polaire (HP-1).

- Composés Organiques Volatils COV (ou VOC en anglais):
Substances éluant entre le n-hexane (n-C6) inclus et le n-hexadécane (n-C16) inclus
- Composés Organiques Semi-Volatils COSV (ou SVOC en anglais):
Substances apparaissant après le n-hexadécane (n-C16) et avant le n-docosane (n-C22) inclus.
- Composés Organiques Très Volatils COTV (ou VVOC en anglais):
Substances apparaissant avant le n-hexane (n-C6).

Le calcul des Composés Organiques Volatils Totaux (COVT) s'effectue en sommant toutes les substances individuelles COV dont la concentration est $\geq 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$. La valeur COVT peut être exprimée soit en équivalent toluène comme défini dans la norme CEN/TS 16516 et de façon similaire dans la norme ISO 16000-6, ou bien en en sommant les différentes concentrations en utilisant des facteurs de réponse spécifiques ou relatifs. En cas de somme de concentrations utilisant des facteurs de réponse spécifique ou relatif, l'équivalent toluène s'applique à toutes les substances n'ayant pas de CLI/NIK et à tous les COV non identifiés avant d'effectuer la somme. Les substances considérées comme COV au sens de la définition précédente, bien qu'éluant avant le n-C6 ou après le n-C16 sur une colonne HP-5, sont considérées comme COV et sont donc incluses dans la somme des COV (COVT).

Le calcul des COSVT (Composés Organiques semi-volatils totaux) s'effectue en sommant toutes les substances individuelles COSV dont la concentration, exprimée en équivalent toluène, est $\geq 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$, comme défini dans la norme CEN/TS 16516. Les COV, tels que définis dans la définition précédente, qui sont élués après le n-C16 lors de l'analyse, ne sont pas inclus dans la somme des COSV.

Le calcul des COTVT (Composés Organiques Très Volatils Totaux) s'effectue en sommant toutes les substances individuelles COTV dont la concentration, exprimée en équivalent toluène, est $\geq 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Les COV, tels que définis dans la définition précédente, qui sont élués avant le n-C6 lors de l'analyse, ne sont pas inclus dans la somme des COTVT.

Ce test permet l'identification des seules substances qui peuvent s'adsorber sur le Tenax TA et qui peuvent être thermiquement désorbées. Si d'autres substances venaient à être émises, elles ne pourraient pas être déterminées (ou avec un niveau de confiance limité).

7.5.5 Calcul du facteur de risque R avec les différentes listes CLI

Tous les composés dont la concentration est $\geq 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ sont divisés par leur valeur limite respective, appelée CLI/NIK, (si définie dans les publications en vigueur). La somme de ces différents quotients est égale au facteur de risque R, qui s'exprime mathématiquement de la façon suivante:

$$R = \sum_i^n \left(\frac{c_i}{\text{NIK}_i} + \dots + \frac{c_n}{\text{NIK}_n} \right)$$

Le facteur de risque R est calculé, en fonction de l'objectif du test, sur la base de la liste européenne des CLI, ou sur la base des CLI allemandes LCI/NIK (R_D) ou sur la base de la liste CLI belge (R_B).

Si la norme ou le protocole l'exigent, tous les COV sans CLI/NIK publiée et dont la concentration est $\geq 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$, sont sommés pour donner la somme des COV sans CLI/NIK.

7.5.6 Mesure des aldéhydes

Les émissions d'aldéhydes ont été testées en prélevant sur des tubes en gel de silice imprégné de DNPH un échantillon d'air en sortie de la chambre, à une période de mesurage bien définie. L'analyse est ensuite réalisée par une désorption au solvant puis par HPLC/UV (CEN/TS 16516, ISO 16000-3, VDI 3862 Blatt 3, méthodes internes n°. : 71M549812 / 71M548400).

Les résultats ne sont valables que pour le(s) produit(s) testé(s).

Toute reproduction ou impression, même partielle de ce rapport, est soumise à l'autorisation écrite d'Eurofins Product Testing A/S.

L'absence d'aldéhydes est confirmée si la réponse du détecteur UV n'a pas été détectée sur le chromatogramme aux temps de rétention spécifiques. En outre, pour chaque aldéhyde détecté, il est vérifié si sa concentration est supérieure à la limite de quantification. Dans ce cas, l'identification de la substance est confirmée en comparant son spectre UV obtenu avec son spectre UV étalon.

7.6 Assurance qualité

Avant de placer l'échantillon en chambre d'essai d'émission, un blanc de la chambre est réalisé et la conformité de la concentration résiduelle de la chambre est vérifiée, conformément aux dispositions des normes CEN/TS 16516 / ISO 16000-9.

Les prélèvements d'air en sortie de chambre, ainsi que les analyses qui s'ensuivent, sont réalisées en double. Les conditions opératoires, comme l'humidité relative, la température et le taux de renouvellement de l'air, sont enregistrées toutes les cinq minutes et sont vérifiées quotidiennement. Une double analyse est réalisée de manière aléatoire, à intervalles réguliers, et les résultats sont enregistrés dans une carte de contrôle de façon à vérifier la reproductibilité et l'incertitude de la mesure.

La stabilité du système d'analyse est vérifiée au moyen d'un test de fonctionnement général du système et de la colonne ainsi qu'au moyen de cartes de contrôle permettant l'enregistrement de la réponse des substances individuelles avant chaque séquence d'analyses.

7.7 Accréditation

Les méthodes d'essai référencées précédemment sont toutes réalisées sous couvert de l'accréditation EN ISO/CEI 1025 délivrée par le DANAK (n° d'accréditation 522). Cette accréditation est valable dans le monde entier compte tenu des accords internationaux de reconnaissance mutuelle des organismes d'accréditation (ILAC/IAF, confer également www.eurofins.com/galten.aspx#accreditation).

Tous les paramètres ne sont pas analysés sous couvert de l'accréditation. L'accréditation ne concerne pas les paramètres suivis d'un astérisque (*), toutefois l'analyse de ces substances est réalisée avec le même souci de qualité et d'exigence que celle des paramètres accrédités.

7.8 Incertitude de la méthode de mesure

L'incertitude élargie U_m est égale à $2 \times RSD$. Pour plus d'informations, merci de consulter le lien suivant www.eurofins.dk/uncertainty.