

;;

## Données de validation

### Données de validation principales

#### Généralités

Substance \_\_\_\_\_ n-Vinyl-2-pyrrolidone

Existe-t-il une VLEP ? \_\_\_\_\_ oui

VLEP 8h \_\_\_\_\_ 0,45 mg/m<sup>3</sup>

#### Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation a été choisi en fonction des valeurs en vigueur à la date des essais. Afin de connaître les valeurs actuelles, se reporter au document

**Outil65** <sup>1 1</sup>

<sup>1</sup> <https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=outil65>

#### Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement \_\_\_\_\_ 0,5 L/min

#### Conditions analytiques

##### 1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation \_\_\_\_\_ 300 °C

Volume injecté \_\_\_\_\_ 1 µL

Programme de température \_\_\_\_\_ non

##### 1 colonne :

Colonne \_\_\_\_\_  POLAIRE

Nature phase \_\_\_\_\_  Poly Ethylène Glycol

Longueur \_\_\_\_\_ 30 m

Diamètre \_\_\_\_\_ 0,53 mm

Epaisseur de film \_\_\_\_\_ 0,5 µm

Température d'utilisation \_\_\_\_\_ 175 °C

Programme de température \_\_\_\_\_ non

##### 1 détecteur :

DETECTION THERMOIONIQUE

Température \_\_\_\_\_ 300 °C

#### Recommandations particulières :

Dosage également possible en chromatographie en phase gazeuse avec un détecteur à ionisation de flamme, mais avec une sensibilité 10 fois moindre.

## Validation Méthode Analytique

### Limite de détection (LD) :

Limite de détection : 0,02 ng de N-vinyl-2-pyrrolidone injectée (ou 115 ng de N-vinyl-2-pyrrolidone sur le support et 3,8 µg/m<sup>3</sup> dans l'atmosphère pour les conditions opératoires indiquées).

Limite de détection (LD) \_\_\_\_\_ 115 ng

### Réponse analytique - linéarité :

Les essais à VME/10 (1,35 µg de NVP sur le support) démontrent que la quantité de NVP est trop faible pour une désorption satisfaisante.

La mise au point a donc été réalisée dans la gamme de concentrations allant de 2,7 µg (VME/5) à 27 µg (2 VME).

La linéarité du détecteur a été vérifiée jusqu'à 0,90 mg/m<sup>3</sup> pour un prélèvement de 30 L.

## Taux de récupération

Les moyennes sont calculés à partir de toutes les valeurs des essais.

Détermination du coefficient de partage K<sub>D</sub>

Quantité de substance sur le support (pour 30 L d'air prélevés)	K <sub>D1</sub> (%)	K <sub>D2</sub> (%)	K <sub>D3</sub> (%)
2,7 µg (0,09 mg/m <sup>3</sup> )	100,7	98,2	97,6
13,5 µg (0,45mg/m <sup>3</sup> )	97,5	97,0	98,3
27,0 µg (0,90 mg/m <sup>3</sup> )	99,2	97,6	99,9

Valeur moyenne de K<sub>D</sub> : 98,4 % ; écart-type : 1,2

	essai 1	essai 2	essai 3
Conc air correspondante (mg/m <sup>3</sup> )	0,09	0,45	0,9
Quantité déposée (µg)	2,7	13,5	27
KT1(%)	87,4	89,6	89,9
KT2(%)	85,7	92,3	88,4
KT3(%)	83,1	90,5	91,4
Volume d'air prélevé correspondant (L)	30	30	30
KT Moyen(%)	88,7		
Ecart type	2,9		

## Conservation après prélèvement

### Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

méthode antérieure au protocole de mise au point de 2011 avec 3 charges et une durée de conservation de 8 jours

Essais de conservation K<sub>C</sub>

(stockage des tubes 8 jours à température ambiante)

Quantité de substance sur le support (pour 30 L d'air prélevés)	K <sub>C1</sub> (%)	K <sub>C2</sub> (%)	K <sub>C3</sub> (%)
2,70 µg (0,09 mg/m <sup>3</sup> )	94,7	89,2	92,6
13,5 µg (0,45mg/m <sup>3</sup> )	91,6	90,8	88,2
27,0 µg (0,90 mg/m <sup>3</sup> )	93,5	94,5	88

Valeur moyenne de K<sub>C</sub> : 91,5 % ; écart-type : 2,6

## Informations complémentaires

Gamme d'étalonnage, chromatogrammes et essais de comparaison de supports

### Essais comparatifs

Les essais ont été réalisés dans la gamme de 2,7 µg à 27,0 µg de NVP sur le support (sur 3 échantillons à chaque fois).

Support	K <sub>D</sub> , K <sub>T</sub> , K <sub>C</sub>	VME/10 (1,35 µg NVP) Écart-type	VME/5 (2,7 µg NVP) Écart-type	VME (13,5 µg NVP) Écart-type	2 VME (27 µg NVP) Écart-type	Valeurs moyennes de K <sub>D</sub> , K <sub>T</sub> , K <sub>C</sub> Écart-type
<b>XAD2</b> désorbé dans du <b>toluène</b> <b>(100 %)</b> puis soumis <b>5</b> <b>min</b> aux ultra- sons.	<b>K<sub>D</sub></b>		<b>90,7 %</b> 10,7	<b>97,3 %</b> 4,0	<b>102,7 %</b> 4,2	<b>96,9 %</b> 8,0
	<b>K<sub>T</sub></b>		<b>94,0 %</b> 9,5	<b>92,5 %</b> 0,7	<b>100,3 %</b> 14,2	<b>96,0 %</b> 9,9
	<b>K<sub>C</sub></b>		<b>93,8 %</b> 6,9	<b>98,0 %</b> 1,4	<b>87,0 %</b> 2,6	<b>92,3 %</b> 6,2
<b>XAD7</b> désorbé dans un mélange <b>acétone +</b> <b>H<sub>2</sub>O</b> <b>(95 :5)</b> puis soumis <b>15</b> <b>min</b> aux ultra-sons	<b>K<sub>D</sub></b>		<b>98,8 %</b>	<b>97,6 %</b> 0,7	<b>98,9 %</b> 1,2	<b>98,4 %</b> 1,2
	<b>K<sub>T</sub></b>		<b>85,4 %</b> 2,2	<b>90,8 %</b> 1,4	<b>89,9 %</b> 1,5	<b>88,7 %</b> 2,9
	<b>K<sub>C</sub></b>		<b>92,2 %</b> 2,8	<b>90,2 %</b> 1,8	<b>92,0 %</b> 3,5	<b>91,5 %</b> 1,6

#### Préparer une gamme de solutions étalon de la façon suivante :

- Préparer une solution-mère en pesant exactement 1,35 mg de N-vinyl-2-pyrrolidone dilués dans 10 mL d'acétone + H<sub>2</sub>O (95 :5) puis effectuer la dilution suivante :
  - 20 µL de cette solution-mère (2,7 µg) diluée dans 5 mL d'acétone + H<sub>2</sub>O (95 :5).
- Préparer une deuxième solution-mère en pesant exactement 13,5 mg de N-vinyl-2-pyrrolidone diluée dans 10 mL d'acétone + H<sub>2</sub>O (95 :5) puis effectuer les dilutions suivantes :
  - 10 µL de cette solution-mère (13,5 µg) diluée dans 5 mL d'acétone + H<sub>2</sub>O (95 :5).
  - 20 µL de cette solution-mère (27 µg) diluée dans 5 mL d'acétone + H<sub>2</sub>O (95 :5)

Cette gamme correspond à une plage de concentrations allant de 0,09 mg/m<sup>3</sup> à 0,90 mg/m<sup>3</sup> de N-vinyl-2-pyrrolidone dans l'air pour un prélèvement de 30 L.

#### EXEMPLE DE DOSAGE EN SPECTROMETRIE DE MASSE DE LA N-VINYL-2-PYRROLIDONE

#### Conditions chromatographiques

- Colonne : VF-624ms – longueur 30m – Ø intérieur 0,25 mm – épaisseur du film 1,5 µm
- Température du four : isotherme à 170 °C
- Injecteur : Split, division au 1/10 - 260°C

- Détecteur de masse :

Impact électronique

Température de la source : 250 °C

Température de l'interface : 250 °C

Acquisition en TIC de 3 min à 6 min, balayage m/z de 20 à 150

Analyse quantitative en SIM :

m/z =56 (pics de référence m/z = 111 et m/z = 28)

- Volume injecté : 1,0 µL

- Etalonnage externe

- La linéarité du détecteur a été vérifiée jusqu'à 0,45 mg/m<sup>3</sup> de N-vinyl-2-pyrrolidone pour un prélèvement de 120 L (prélèvement de 0,5 L/min pendant 240 min).

- La limite de détection est de 0,11 ng de N-vinyl-2-pyrrolidone injecté (ce qui correspond, dans les conditions analytiques indiquées et pour 120 L d'air prélevés, à 0,55 µg de N-vinyl-2-pyrrolidone sur le support et à 0,005 mg/m<sup>3</sup> de N-vinyl-2-pyrrolidone dans l'air).

- La limite de dosage correspondant à 10 fois le bruit de fond est de 0,3 ng de N-vinyl-2-pyrrolidone injecté (ce qui correspond, dans les conditions analytiques indiquées et pour 120 L d'air prélevés, à 1,5 µg de N-vinyl-2-pyrrolidone sur le support et à 0,013 mg/m<sup>3</sup> de N-vinyl-2-pyrrolidone dans l'air).

Ci-joint les chromatogrammes obtenus pour la n-méthyl-2-pyrrolidone, n-vinyl-2-pyrrolidone, n-éthyl-2-pyrrolidone, en FID, en masse et les essais des supports réalisés.

- [091 chromatogram.docx](#)

- [091 chromatogram MS.docx](#)