

## Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_442	Ethanol M-442

### Données de validation principales

#### Généralités

Substance \_\_\_\_\_ Ethanol

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

VLEP 8h \_\_\_\_\_ 1900 mg/m<sup>3</sup>

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

VLEP-CT \_\_\_\_\_ 9500 mg/m<sup>3</sup>

#### Choix du domaine de validation :

La méthode est validée entre 0,7 et 29 mg d'éthanol sur le dispositif. Ces quantités correspondent à la quantité sur le dispositif pour un prélèvement de 15 minutes à 0,050L/min à VLEP-CT/10 ( 0,7 mg) et la quantité sur le dispositif pour 2 heures de prélèvement à 0,05 L/min à 2 VLEP-8h (22,8 mg).

#### Dispositif de prélèvement :

Tube de charbon actif contenant deux plages (400mg / 200mg). Pour la mise au point, utilisation de tubes ORBO 32<sup>®</sup>.

Débit prélèvement \_\_\_\_\_ 0,05 L/min

## Conditions analytiques

### 1 injecteur :

PASSEUR AUTOMATIQUE

Température d'utilisation \_\_\_\_\_ 250 °C

Division :

Split1/50

Volume injecté \_\_\_\_\_ 1 µL

### 1 colonne :

Colonne \_\_\_\_\_ ■ APOLAIRE

Nature phase \_\_\_\_\_ ■ 100% Diméthyl polysiloxane

Granulométrie \_\_\_\_\_ 0,32 µm

Longueur \_\_\_\_\_ 60 m

Epaisseur de film \_\_\_\_\_ 1 µm

Température d'utilisation \_\_\_\_\_ 50 °C

Programme de température \_\_\_\_\_ oui

Commentaires \_\_\_\_\_ Colonne utilisée pour la mise au point VF-1MS ®

#### Programme de température

étape	température initiale °C	température finale °C	temps min /rampe °C par min
1	50	50	5
2	50	100	2,5 / 20
3	100	100	3

### 1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

Température \_\_\_\_\_ 250 °C

## Mesure de la perte de charge

### Méthode appliquée :

La perte de charge du tube 400/200 mg de charbon actif à 0,05 L/min est inférieure à 0,08 kPa.

## Validation Méthode Analytique

### Description de la méthode :

L'ensemble des paramètres de la validation ont été déterminés selon le **protocole de mise au point** <sup>1</sup> des méthodes de prélèvement et d'analyse des gaz/vapeurs.

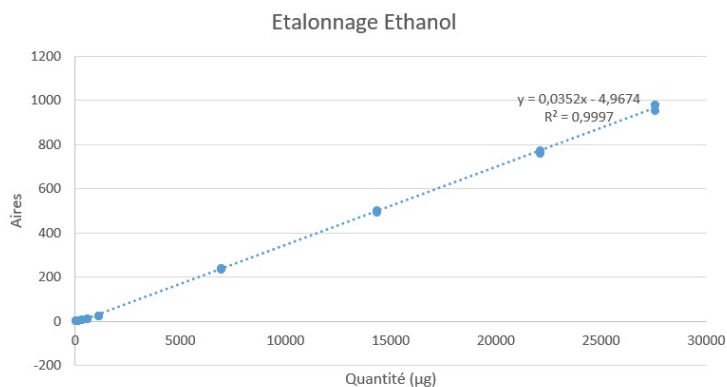
<sup>1</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-gaz-actif.pdf>

Le dopage est effectué par dépôt liquide d'éthanol en solution dans le dichlorométhane dans une ampoule balayée par un flux d'air à 0,05 L/min qui entraîne le polluant vers le tube de charbon actif.

Répetabilité	2,3%
Limite de détection (LD)	11,5 µg sur le dispositif
Limite de quantification (LQa)	70,8 µg sur le dispositif

### Réponse analytique - linéarité :

La réponse est linéaire entre 0,011 mg et 28 mg sur le dispositif.



## Taux de récupération

Pour déterminer le taux de récupération, le dopage est effectué par dépôt liquide d'éthanol en solution dans le dichlorométhane dans une ampoule balayée par un flux d'air à 0,05 L/min qui entraîne le polluant vers le tube de charbon actif.

	essai 1	essai 2	essai 3	essai 4	essai 5
Niveau de charge (mg)	0,66	1,12	2,66	22,9	29,23
KT1(%)	98,3	96,9	97,1	99,1	97,7
KT2(%)	98,1	96,7	96,9	99,0	95,7
KT3(%)	97,8	96,7	97,8	98,2	95,0
KT4(%)	100,5	97,2	97,2	98,8	96,1
KT5(%)	100,9	97,1	95,6	97,8	95,3
KT6(%)	101,9	95,7	99,7	98,7	94,0
KT Moyen(%)	99,6	96,7	97,4	98,6	95,6
Coefficient de variation(%)	1,7	0,5	1,4	0,5	1,3

## Efficacité de piégeage

Nous avons démontré qu'au delà de deux heures de prélèvement pour 2VLEP-8h, l'éthanol migre sur la seconde de plage lors de la première semaine de conservation. Voir paragraphe "solutions écartées". C'est pourquoi nous recommandons un prélèvement de deux heures.

## Essai de claquage

### Essai de claquage :

Le tube claqué à partir de 7 heures de prélèvement pour 2VLEP-8h à 0,05 L/min.

## Conservation après prélèvement

### Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Le dopage est effectué par dépôt liquide d'une solution d'éthanol dans le dichlorométhane dans une ampoule balayée par un flux d'air à 0,05 L/min. L'ampoule est balayée 15 minutes pour la charge 1 et 2 heures pour la charge 2. Les résultats montrent une perte de rendement au-delà de 7 jours. Il est recommandé de conserver les tubes à 4 °C et 7 jours. Des tests avec conservation des tubes au congélateur ont été réalisés sans amélioration du résultat.

q1

Niveau de charge 1 (q1) \_\_\_\_\_ 668 µg

q2

Niveau de charge 2 (q2) \_\_\_\_\_ 29,3 mg

### Temps de conservation

Temps 1 \_\_\_\_\_ 7 jours à 4 °C

Temps 2 \_\_\_\_\_ 7 jours à 4 °C puis 21 jours à 4 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	92,7	93,8
Kc2(%)	91,9	90,3
Kc3(%)	90,7	91,3
Kc Moyen(%)	91,8	91,8
Coefficient de variation (%)	1,1	2

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	82	91,3
Kc2(%)	83	92,6
Kc3(%)	85	
Kc Moyen(%)	83	91,9
Coefficient de variation (%)	1,5	1

## Solutions écartées

### Prélèvement supérieur à 2 heures pour 2\*VLEP-8h

Le dopage est effectué par dépôt liquide dans une ampoule par un flux d'air à 0,05 L/min pendant 4h. La quantité déposée correspond à 2\*VLEP-8h pour un prélèvement de 4 heures.

L'éthanol migre sur la deuxième plage pendant la première semaine de conservation.

Le choix est fait de préconiser deux heures de prélèvement pour s'affranchir de ce risque de migration.

**Migration de l'éthanol sur la deuxième plage.****Prélèvement 4 heures**

	Jour 0		Jour 7		
	T1	T2	T3	T4	T5
Quantité déposée 45,6 mg					
Quantité sur la plage 1 (mg)	44,28	45,34	40,31	38,47	39,03
Quantité sur la plage 2 (mg)	/	/	2,03	2,83	1,86
%age sur la plage 2			5,04	7,35	4,76
rendement total	97,1	99,4	92,8	90,6	89,7

A 7 jours, il y a plus de 5 % d'éthanol sur la deuxième plage. Le prélèvement est alors inexploitable.