

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_15	N-méthyl-2-pyrrolidone M-15

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ N-méthyl-2-pyrrolidone

Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation a été choisi en fonction de la valeurs limite allemande, à la date des essais : 80 mg/m³. Afin de connaître les valeurs actuelles, se reporter au document **Outil65** ¹

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

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 0,5 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation _____ 300 °C

Division :

1/10

Volume injecté _____ 1 µL

1 colonne :

Colonne _____ ■ POLAIRE

Nature phase _____ ■ Polyéthylène Glycol

Longueur _____ 60 m

Diamètre _____ 0,32 mm

Epaisseur de film _____ 0,25 µm

Température d'utilisation _____ 200 °C

1 détecteur :

DETECTION THERMOIONIQUE

Température _____ 300 °C

Validation Méthode Analytique

Limite de détection (LD) :

Limite de détection : 1,2 ng de N-méthyl-2-pyrrolidone injectée (ce qui correspond à 12 µg de N-méthyl-2-pyrrolidone sur le support ou 0,4 mg/m³ dans l'atmosphère pour les conditions opératoires indiquées).

Limite de détection (LD) _____ 12 µg sur le dispositif

Réponse analytique - linéarité :

La linéarité du détecteur a été vérifiée jusqu'à 160 mg/m³ pour un prélèvement de 30 L

Taux de récupération

Une quantité connue du polluant (en solution dans le solvant de désorption) est déposée directement à l'entrée du tube. Un volume connu d'air propre est alors pompé au-travers de l'échantillonneur.

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

	essai 1	essai 2	essai 3
Conc air correspondante (mg/m ³)	4	8	80
Quantité collectée (µg)	120	240	2400
Volume d'air prélevé correspondant (L)	30	30	30
KT1(%)	99,2	97,3	100
KT2(%)	95,9	94,3	99,3
KT3(%)	92,9	93,5	95,4
KT Moyen(%)	96,5		
Ecart type	3,3		

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_C

Ces essais ont été conduits sur 8 jours. Les tubes sont conservés au réfrigérateur. Les essais de conservation à température ambiante ont mis en évidence une migration du polluant sur la deuxième page.

Quantité de substance sur le support	K _{C1} (%)	K _{C2} (%)	K _{C3} (%)
120 µg (4 mg/m ³)	97,0	96,0	96,4
240 µg (8 mg/m ³)	91,4	99,9	97,1
2 400 µg (80 mg/m ³)	96,6	89,3	93,3

Valeur moyenne de K_C : 95,2 % ; écart-type : 3,3

Informations complémentaires

Gamme d'étalonnage et chromatogrammes

Préparer une gamme de solutions étalon de la façon suivante :

- Préparer une solution-mère en pesant exactement 120 mg de N-méthyl-2-pyrrolidone diluée dans 10 mL d'acétone + H₂O (95 :5) puis effectuer les dilutions suivantes :
 - 10 µL de cette solution-mère (120 µg) dilués dans 5 mL d'acétone + H₂O (95 :5).
 - 20 µL de cette solution-mère (240 µg) dilués dans 5 mL d'acétone + H₂O (95 :5).
- Préparer une deuxième solution-mère en pesant exactement 2 400 mg de N-méthyl-2-pyrrolidone diluée dans 10 mL d'acétone + H₂O (95 :5) puis effectuer la dilution suivante :
 - 10 µL de cette solution-mère (2 400 µg) diluée dans 5 mL d'acétone + H₂O (95 :5).

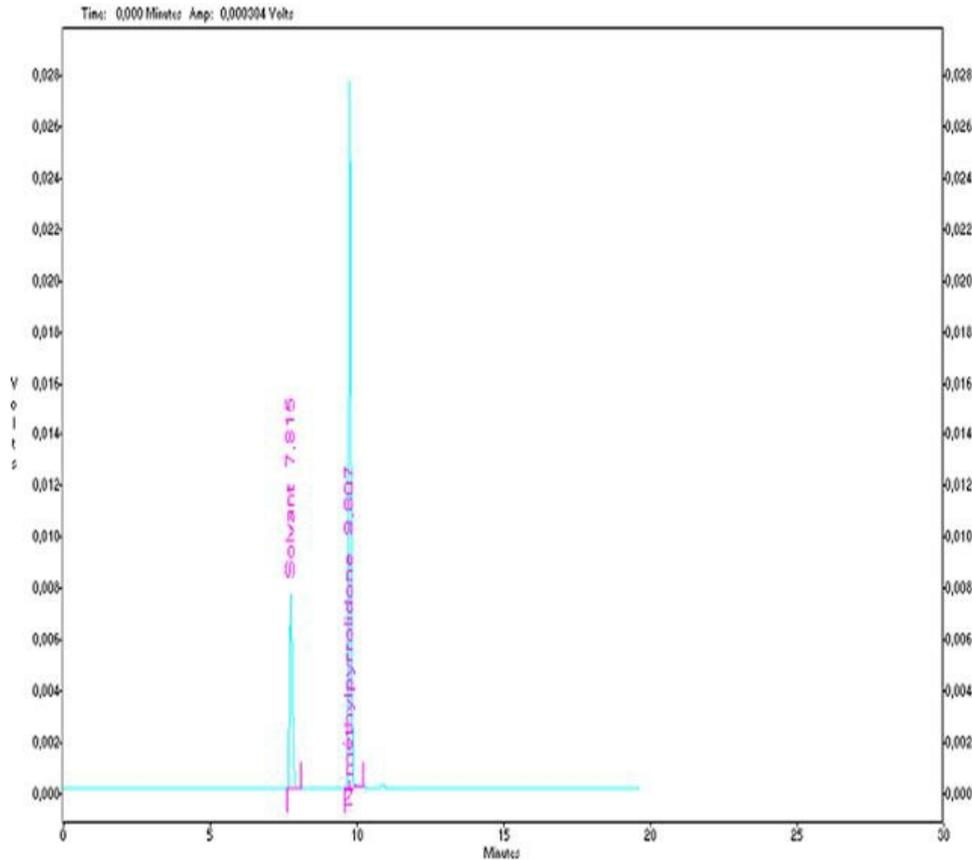
Cette gamme correspond à une plage de concentrations allant de 4 mg/m³ à 80 mg/m³ de

N-méthyl-2-pyrrolidone dans l'air pour un prélèvement de 30 L Ci-joint les chromatogrammes obtenus pour la n-méthyl-2-pyrrolidone, n-vinyl-2-pyrrolidone, n-éthyl-2-pyrrolidone.

Conditions chromatographiques

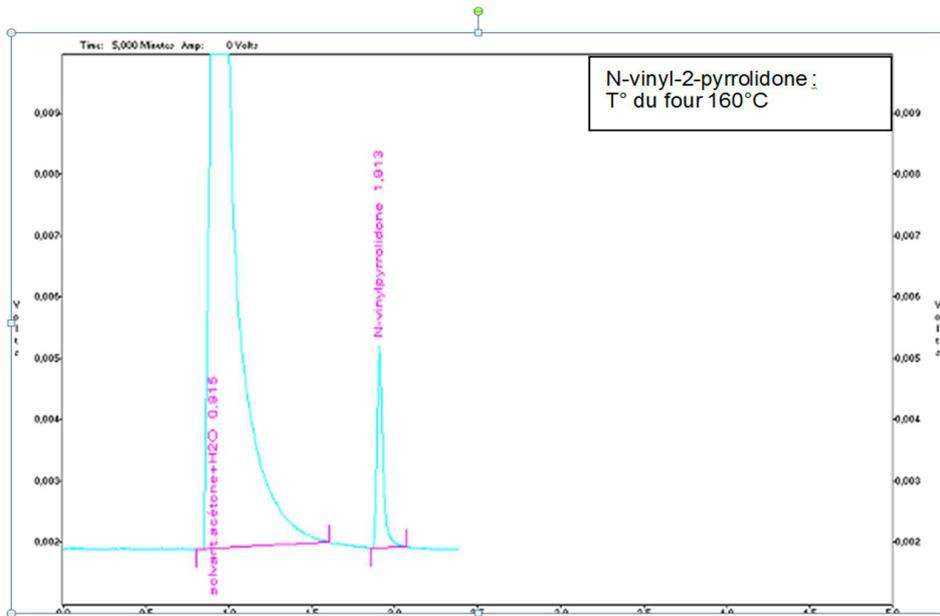
- Détecteur thermoionique.
- Colonne Supelcowax 10, longueur 30 m, \AA intérieur 0,53 mm, épaisseur de film 0,5 μm .
- Température de l'injecteur et du détecteur : 300°C.
- Volume d'injection : 1 μL

Chromatogramme : N-méthyl-2-pyrrolidone : T° du four 200°C



N-méthyl-2-pyrrolidone :
T° du four 200°C

Chromatogramme :N-vinyl-2-pyrrolidone : T° du four 160°C



Chromatogramme : N-éthyl-2-pyrrolidone : T° du four 175°C

