

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_111	N,N-Diméthylformamide M-111

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ N,N-Diméthylformamide

Existe-t-il une VLEP ? _____ oui

VLEP 8h _____ 15 mg/m³

Existe-t-il une VLEP-CT ? _____ oui

VLEP-CT _____ 30 mg/m³

Choix du domaine de validation :

Le prélèvement passif a été réalisé sur un mélange DMF et DMAc

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

Outil65¹

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

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 0,0469 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation _____ 280 °C

Volume injecté _____ 1 µL

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 _____ 150 °C

Programme de température _____ non

1 détecteur :

DETECTION THERMOIONIQUE

Température _____ 300 °C

Recommandations particulières :

Pour le N,N-diméthylformamide, il est possible de réaliser un étalonnage interne en utilisant le vinylcaprolactame.

Validation Méthode Analytique

Limite de détection (LD) _____ 0,12 µg sur le dispositif

Réponse analytique - linéarité :

La linéarité du détecteur a été vérifiée jusqu'à 600 µg d'amide sur le dispositif de prélèvement.

Taux de récupération

Les essais sont réalisés par dopage à la seringue sur la première plage du tube puis pompage de 10 L d'air à 0,25 L/min au travers du tube. La moyenne et l'écart type indiqués dans le tableau prennent en compte l'ensemble des valeurs.

	essai 1	essai 2	essai 3
Quantité collectée (µg)	30	300	600
Conc air correspondante (mg/m ³)	3	30	60
Volume d'air prélevé correspondant (L)	10	10	10
KT1(%)	98,2	99,9	100,5
KT2(%)	99,9	100,4	99,5
KT3(%)	99,6	100,1	97,4
KT Moyen(%)	99,5		
Ecart type	1		

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

les essais de conservation ont été conduits sur 8 jours.

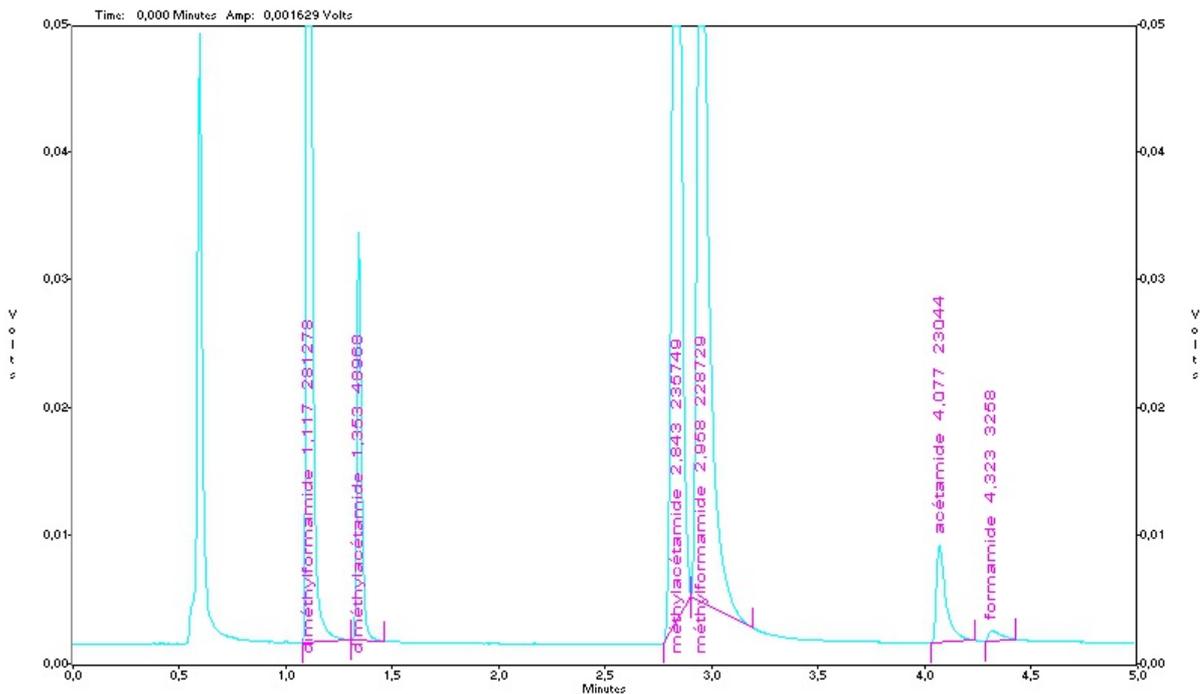
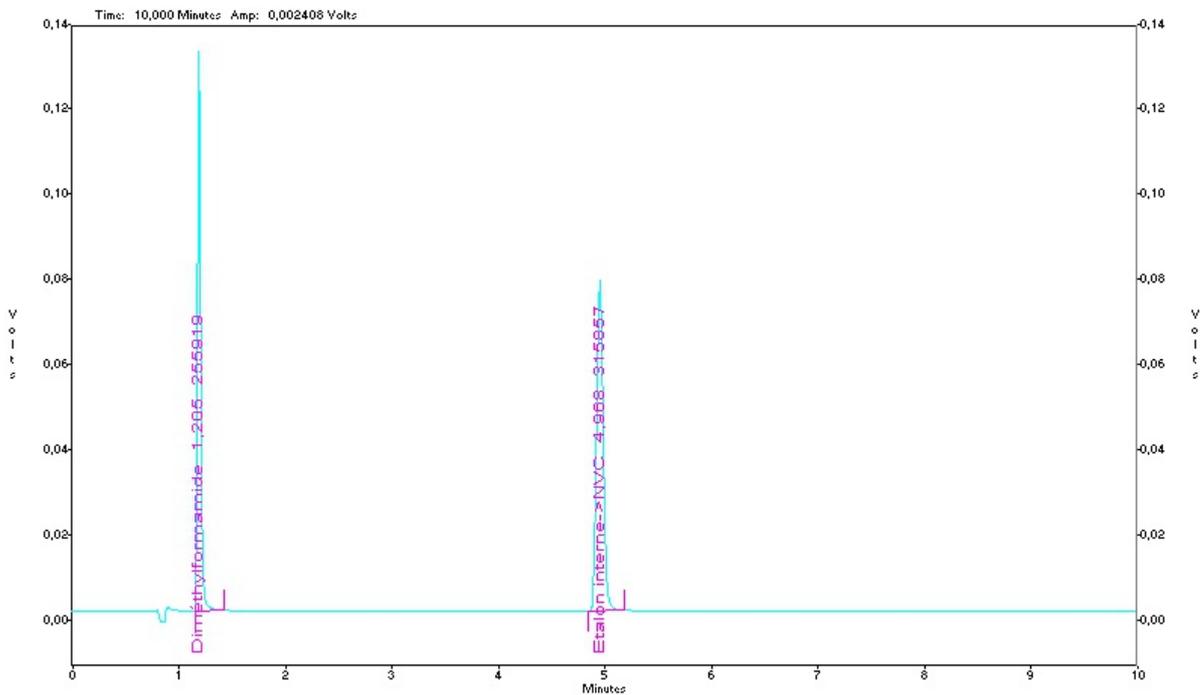
	Quantité de N,N-diméthylformamide sur le dispositif de prélèvement (pour 10 L d'air prélevés)		
	30 µg (3,0 mg/m ³)	300 µg (30 mg/m ³)	600 µg (60 mg/m ³)
K _{C1} (%)	100,3	100,0	99,3
K _{C2} (%)	100,6	100,5	97,7
K _{C3} (%)	98,1	98,1	98,1

Valeur moyenne de K_C : 99,2 % ; écart-type : 1,2

Informations complémentaires

Détermination du débit de prélèvement pour le diméthylformamide à l'aide d'un plan d'expérience factoriel fractionnaire.

Exemples de chromatogrammes



Chromatogramme du N,N-diméthylformamide avec vinylcaprolactame comme étalon interne.

Il est possible d'analyser les amides en mélange avec les mêmes conditions analytiques pour le détecteur et l'injecteur mais pour le four il faut réaliser une programmation de température de 120 °C (3min) à 180°C avec une progression de 30°C min.

Le débit de prélèvement a été déterminé selon la norme EN838, à partir d'un plan d'expérience regroupant 16 essais (6 badges GABIE remplis de résine Amberlite R XAD7 exposés par essai).

6 paramètres ont été étudiés :

- la rétrodiffusion RD if
- La concentration C
- La durée d'exposition t
- La température T
- L'humidité HR
- le co-pollution CP

Rétrodiffusion	Concentration	Durée d'exposition	Température	Humidité relative	Co-pollution
50/50	1ppm<C _{DMF} <20ppm	120 min<t<480 min	15°C<T<30°C	30 %<HR<70 %	Toluène

Tableau de résultats du plan d'expériences

Expérience	RDif	C	t	T	HR (ABC)	CP (ABCD)	AB	AC	AD	BC	BD	CD	ABD	ACD	BCD	Débit de prélèvement (cm ³ /min)
1	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	55.56
2	+	-	-	-	+	-	-	-	-	+	+	+	+	+	-	47.24
3	-	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-	+	+	-	+	63.85
4	+	+	-	-	-	+	+	-	-	-	-	+	-	+	+	53.81
5	-	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	-	+	+	54.77
6	+	-	+	-	-	+	-	+	-	-	+	-	+	-	+	46.52
7	-	+	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-	+	+	-	46.11
8	+	+	+	-	+	-	+	+	-	+	-	-	-	-	-	41.20
9	-	-	-	+	-	-	+	+	-	+	-	-	+	+	+	47.03
10	+	-	-	+	+	+	-	-	+	+	-	-	-	-	+	51.30
11	-	+	-	+	+	+	-	+	-	-	+	-	-	+	-	44.54
12	+	+	-	+	-	-	+	-	+	-	+	-	+	-	-	44.49
13	-	-	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	42.43
14	+	-	+	+	-	-	-	+	+	-	-	+	-	+	-	38.01
15	-	+	+	+	-	-	-	-	-	+	+	+	-	-	+	37.81
16	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	36.96
Débit de prélèvement moyen (cm ³ /min)																47.0