

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_431	Acétonitrile M-431

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ Acétonitrile

Existe-t-il une VLEP ? _____ oui

VLEP 8h _____ 70 mg/m³

Choix du domaine de validation :

Cette méthode est validée pour des quantités sur le dispositif comprises entre 16 µg et 786 µg d'acétonitrile, ce qui correspond à un prélèvement de 8 heures dans des atmosphères de concentrations égales à 3,3 mg/m³ et 163,8 mg/m³ respectivement. La gamme 0,1 VLEP-2 VLEP est couverte.

Dispositif de prélèvement :

Tube de charbon actif contenant deux plages de 400 mg et 200 mg et de 110 mm de longueur et 8 mm de diamètre externe.

Les tubes commerciaux suivants peuvent être utilisés : ORBO® 32 Large ou SKC® 226-09.

Débit prélèvement _____ 0,01 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation _____ 250 °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 _____ 30 °C

Commentaires _____ pour les essais en laboratoire utilisation d'une colonne supelcowax 10

1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

Température _____ 250 °C

Validation Méthode Analytique

Description de la méthode :

La validation de la méthode d'analyse est réalisée en suivant le **protocole de mise au point** ¹.

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

Répétabilité :

Pour vérifier la répétabilité, un dispositif dopé avec 251 µg d'acétonitrile est désorbé dans 4mL de mélange CS₂/CH₂Cl₂. La solution obtenue est alors injectée 10 fois.

Répétabilité _____ 0,84%

Limite de détection (LD) :

Pour mesurer la limite de détection, une solution à 0,38 µg/mL d'acétonitrile est injectée 10 fois.

Limite de détection (LD) _____ 1,52 µg sur le dispositif

Limite de quantification (LQa) :

Dix tubes de charbon actif sont dopés avec 3,36 µg d'acétonitrile puis analysés après désorption. Après analyse des dix tubes, la justesse est égale à 4,6 % et le coefficient de variation, 6,2 %. Ces deux critères sont < 20 %.

Limite de quantification (LQa) _____ 3,36 µg sur le dispositif

Réponse analytique - linéarité :

La linéarité est vérifiée à l'aide d'une gamme de 1,6 µg à 800 µg d'acétonitrile sur le dispositif.

Taux de récupération

Pour déterminer KT, des tubes sont dopés avec des quantités connues d'acétonitrile puis on fait passer de l'air à 0,010 L/min durant 4 heures. Pour les tubes dont la charge correspond à 2 fois la VLEP, l'air passe pendant 9h. Cela permet d'éprouver la capacité de piégeage et de vérifier l'absence de claquage.

Quantité collectée (µg)	16	83,7	160	336	786
Volume d'air prélevé correspondant (L)	2,4	2,4	2,4	2,4	5,4
KT1(%)	99,7	97,9	99,7	99,3	96,9
KT2(%)	99,5	96,3	98,7	99,4	97,4
KT3(%)	99,5	98,9	97,9	99,2	99,7
KT4(%)	99,9	95,8	98,8	99,6	97,8
KT5(%)	99,8	95,5	98,2	99,1	98,7
KT6(%)	100	96,5	99,7	99,1	98,7
KT Moyen(%)	99,7	96,8	98,8	99,3	97,8
Ecart type	0,2	1,3	0,75	0,17	0,2
Coefficient de variation(%)	0,2	1,3	0,8	0,2	0,2

Conservation après prélèvement

q1

Niveau de charge 1 (q1) _____ 17,33 µg
 Conc air _____ 3,61 mg/m³
 pour _____ 4,8 L prélevés

q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 786 µg
 Conc air _____ 163,8 mg/m³
 pour _____ 4,8 L prélevés

Temps de conservation

Temps 1 _____ 7 jours à 20 °C
 Temps 2 _____ 7 jours à 20 °C puis 23 jours à 4 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	97,8	92,3
Kc2(%)	98,6	94,2
Kc3(%)	99,9	94,4
Kc Moyen(%)	98,2	93,6
Coefficient de variation (%)	0,56	1,23

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	97,4	99,3
Kc2(%)	94,9	99,1
Kc3(%)	94,3	95,7
Kc Moyen(%)	96,1	98
Coefficient de variation (%)	1,8	2,06

Solutions écartées

Choix du débit et choix du dispositif de prélèvement

Débit sur tube de charbon actif de 400/200 mg

Des essais de prélèvement à 50 mL/min et sur une durée de 8 h ont montré un claquage sur des dispositifs dopés avec 1572 µg d'acétonitrile (soit VLEP). La perte de substance sur le dispositif est de 80 %.

Le choix est donc fait de prélever à 10 mL/min. Tous les essais de la méthode sont validés à ce débit.

Acétonitrile essai avec les tubes 100/50 mg de CA

		aire CH3CN	quantité calculée µg/mL	V DCM/CS2 mL	quantité quantifiée par analyse µg	quantité théorique µg	ratio Qdosée/Qdépot	1ère plage	2ème plage	somme 1+2
Tubes 1ère plage	1A	19,9	30,7	4,124	126,58	396,83	32 %	31 %	33 %	64 %
		19,1	29,5	4,124	121,49	396,83	31 %			
		19,8	30,5	4,124	125,94	396,83	32 %			
	2A	21,7	33,5	3,846	128,69	396,83	32 %	33 %	31 %	64 %
		22	33,9	3,846	130,47	396,83	33 %			
		22,5	34,7	3,846	133,44	396,83	34 %			
	3A	24,6	37,9	3,933	149,21	396,83	38 %	38 %	24 %	62 %
		24,5	37,8	3,933	148,61	396,83	37 %			
		25	38,6	3,933	151,64	396,83	38 %			
	4A	20,7	31,9	4,014	128,14	396,83	32 %	32 %	21 %	53 %
		20,9	32,2	4,014	129,38	396,83	33 %			
		20,9	32,2	4,014	129,38	396,83	33 %			
	5A	19,2	29,6	3,906	115,65	396,83	29 %	29 %	32 %	61 %
		19,2	29,6	3,906	115,65	396,83	29 %			
		19,4	29,9	3,906	116,86	396,83	29 %			
	6A	19,9	30,7	3,892	119,45	396,83	30 %	30 %	32 %	62 %
		19,9	30,7	3,892	119,45	396,83	30 %			
		20,5	31,6	3,892	123,06	396,83	31 %			
	7A	20,3	31,3	3,975	124,43	396,83	31 %	31 %	31 %	62 %
		20,3	31,3	3,975	124,43	396,83	31 %			
		19,5	30,1	3,975	119,53	396,83	30 %			
	8A	17,7	27,3	3,999	109,16	396,83	28 %	27 %	38 %	66 %
		17,6	27,1	3,999	108,54	396,83	27 %			
		17,7	27,3	3,999	109,16	396,83	28 %			

		aire CH3CN	quantité calculée µg/mL	V DCM/CS2 mL	quantité quantifiée par analyse µg	quantité théorique µg	ratio Qdosée/Qdépot	2ème plage
Tubes 2ème plage	1A	25,1	38,7	3,999	131,57	396,83	33 %	33 %
		25,4	39,2	3,999	133,15	396,83	34 %	
		25,3	39,0	3,999	132,62	396,83	33 %	
	2A	19,7	30,4	4,158	126,32	396,83	32 %	31 %
		19,2	29,6	4,158	123,12	396,83	31 %	
		19,3	29,8	4,158	123,79	396,83	31 %	
	3A	16,3	25,1	3,744	94,11	396,83	24 %	24 %
		16,3	25,1	3,744	94,11	396,83	24 %	
		16,6	25,6	3,744	95,84	396,83	24 %	
	4A	13,5	20,8	3,924	81,69	396,83	21 %	21 %
		13,3	20,5	3,924	80,48	396,83	20 %	
		13,7	21,1	3,924	82,90	396,83	21 %	
	5A	20,8	32,1	4,030	129,28	396,83	33 %	32 %
		20,2	31,2	4,030	125,55	396,83	32 %	
		20,3	31,3	4,030	126,17	396,83	32 %	
	6A	21,4	33,0	3,914	129,15	396,83	33 %	32 %
		21,8	33,6	3,914	131,57	396,83	33 %	
		20,9	32,2	3,914	126,14	396,83	32 %	
	7A	20,3	31,3	3,925	122,87	396,83	31 %	31 %
		20,1	31,0	3,925	121,66	396,83	31 %	
		20,1	31,0	3,925	121,66	396,83	31 %	
	8A	25,1	38,7	3,883	150,30	396,83	38 %	38 %
		25,6	39,5	3,883	152,29	396,83	39 %	
		25,7	39,6	3,883	153,89	396,83	39 %	

Un claquage systématique est observé pour les tubes 100/50 mg. Seule l'utilisation des tubes 400/200 mg peut donc être recommandée dans la méthode.