

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_59	Oxyde d'éthylène M-59

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ Oxyde d'éthylène

Existe-t-il une VLEP ? _____ oui

VLEP 8h _____ 1,8 mg/m³

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

VLEP-CT _____ 9 mg/m³

Choix du domaine de validation :

Entre 0,05 mg et 2,5 mg d'oxyde d'éthylène dosé sur le dispositif.

Dispositif de prélèvement :

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation _____ 220 °C

Volume injecté _____ 2 µL

Programme de température _____ non

1 colonne :

Colonne _____ ■ POLAIRE

Nature phase _____ ■ Poly Ethylène Glycol

Longueur _____ 50 m

Diamètre _____ 0,25 mm

Epaisseur de film _____ 0,2 µm

Température d'utilisation _____ 120 °C

Programme de température _____ non

1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

Température _____ 250 °C

Recommandations particulières :

- Pour une injection sans division (splitless), la température de la colonne suit le cycle : isotherme pendant 1 min à 45°C, programmation à 25°C/min jusqu'à 120°C ; isotherme pendant 10 min à 120°C ; programmation finale à 2,5°C/min jusqu'à 135°C.
- Pour une injection avec division (split), la température de la colonne suit le cycle : isotherme pendant 10 min à 120°C ; programmation à 25°C/min jusqu'à 135°C.

Étalonnage interne avec le **n-octanol**.

Taux de récupération

Préparation des tubes dopés

- Préparation de 6 flacons à désorber de 15 mL et introduction dans chacun de 400 mg de phase imprégnée HBr, puis respectivement 100 µl des solutions suivantes : méthanol pur puis bromoéthanol à 3228-2152-1076-100-10 µg/mL dans le méthanol.
- Adsorption du bromoéthanol dans la phase pendant 6 heures, puis ajout de 100 mg de NaHCO₃. Ajout ensuite de 10 mL d'éthanol (qualité HPLC) et maintien 15 mn aux ultrasons. Agitation pendant 5 minutes sur plateau rotatif avant le transfert des solutions dans des flacons pour passeur automatique.

Préparation des solutions témoins

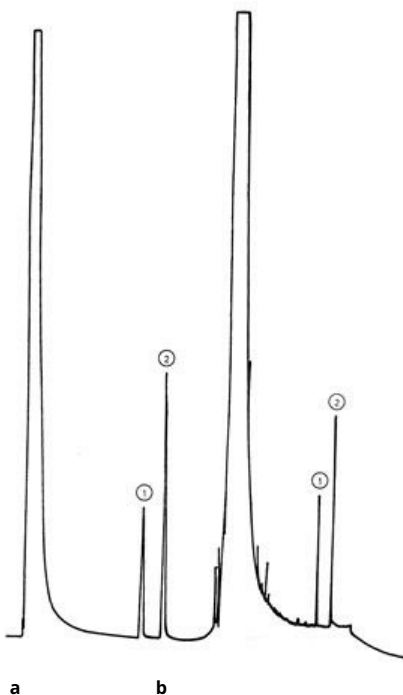
- Dans 6 flacons à désorber de 15 mL, introduction de 10 mL d'éthanol. Ajout de 100 µL de chacune des solutions de bromoéthanol ayant servi à doper les phases imprégnées. Des solutions témoins à : 0 – 0,10 – 1,00 – 10,76 – 21,52 et 32,28 µg/mL sont ainsi obtenues.
- 2 injections successives de chacune des solutions sont faites, en alternant solutions témoins et solutions de désorption, soit une première série de 24 injections. Une seconde série identique est refaite aussitôt après.

	essai 1	essai 2	essai 3	essai 4	essai 5
Quantité collectée (µg)	0,3	3,33	32,28	71,7	107,6
Conc air correspondante (mg/m ³)	0,06	0,69	7,5	14,93	22,41
Kd	96,5	94,5	93,5	98,5	98,5

Informations complémentaires

Chromatogrammes obtenus sur colonne capillaire avec et sans division. Détection par ionisation de flamme.

- Colonne capillaire polaire WCOT en silice fondue (50 m recouverte de CP Wax 57 CB).
- Débit du gaz vecteur : 1 mL/min.
- Températures : injecteur : 220°C, détecteur : 250°C.
- Si l'injection est sans division (splitless- figure b), la température de la colonne suit le cycle : isotherme pendant 1 min à 45°C, programmation à 25°C/min jusqu'à 120°C ; isotherme pendant 10 min à 120°C ; programmation finale à 2,5°C/min jusqu'à 135°C.
- Si l'injection est avec division (split- figure a), la température de la colonne suit le cycle : isotherme pendant 10 min à 120°C ; programmation à 25°C/min jusqu'à 135°C.
- Étalonnage interne avec le n-octanol.



a : Analyse capillaire avec division
 b : Analyse capillaire sans division
 1 : 2-Bromoéthanol

2 : n-Octanol

Solutions écartées

Choix du solvant de désorption

Les conclusions des essais comparatifs effectués en laboratoire sont les suivantes :

- Le rendement de désorption dans le méthanol est seulement de 60 % sur une gamme 0,1 à 10 µg/mL (concentrations des solutions de désorption injectées en chromatographie en phase gazeuse), et plafonne à 76 % pour une concentration de 32 µg/mL.

De plus, le méthanol ne semble pas convenir pour la conservation du bromoéthanol (diminutions importantes des surfaces des pics chromatographiques obtenus lorsque les solutions sont conservées 24 heures et 48 heures).

- Le mélange binaire toluène/acétonitrile donne d'excellents rendements de désorption (88 à 100 %) et le bromoéthanol y est stable. Pour autant, ce n'est pas le solvant idéal car l'étude des chromatogrammes montre qu'il désorbe une multitude d'impuretés présentes dans les tubes vierges, ce que ne fait pas le méthanol. L'une de ces impuretés (probablement halogénée) interfère avec le bromoéthanol et empêche des mesures de concentrations inférieures à 1 µg/mL.
- Le butanol donne un rendement de désorption de 83 %, le propanol de 90 %. L'éthanol donne le meilleur rendement de désorption (98 %). Par ailleurs, les surfaces obtenues sont analogues à celle du mélange binaire. Enfin, le chromatogramme est parfaitement propre.