

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ Acide méthacrylique

Existe-t-il une VLEP ? _____ oui

VLEP 8h _____ 70 mg/m³

Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation a été choisi en fonction des valeurs en vigueur à la date des essais, mais peuvent être différentes aujourd'hui. Afin de connaître les valeurs actuelles, se reporter au document **ED984** ¹.

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

Données du 11-09-2003.

Cette validation a été réalisée pour des cassettes porte-filtre contenant un filtre en fibre de quartz (WHATMAN[®] QMA - 1851-037) imprégné par 500 µL de Na₂CO₃ à 5 %. La méthode devra être revalidée si d'autres filtres sont utilisés.

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 0,25 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

PASSEUR AUTOMATIQUE

Volume injecté _____ 25 µL

Programme de température _____ non

3 colonnes :

Colonne _____ ■ ECHANGEUSE D'IONS

Nature phase _____ ■ Résine échangeuse d'anions

Longueur _____ 50 mm

Diamètre _____ 4 mm

Commentaires :

Précolonne IonPac®

Programme de température _____ non

Commentaires _____ AG12 ou AG9

Colonne _____ ■ ECHANGEUSE D'IONS

Nature phase _____ ■ Résine échangeuse d'anions

Longueur _____ 250 mm

Diamètre _____ 50 mm

Commentaires :

Colonne IonPac®

Programme de température _____ non

Commentaires _____ AS12 ou AS9

Colonne _____ ■ COLONNE DE SUPPRESSION

Commentaires :

membrane de suppression ASRS®

Programme de température _____ non

Commentaires _____ ASRS-I® 4mm ou ASRS® 300-4mm

1 détecteur :

CONDUCTIMETRIE

Phase mobile	Commentaires / Débit
ELUANT CARBONATE	2,7 mM Na CO + 0,3 mM NaHCO ; débit 1 mL/min
ACIDE SULFURIQUE	25 mM ; débit 3 mL/min

Validation Méthode Analytique**Description de la méthode :**

Les solutions d'acide méthacrylique dans l'eau ont été préparées à partir d'acide méthacrylique pur. Un volume constant de 16 µL de solution est déposé dans une pipette coudée reliée au dispositif de prélèvement. La pompe de prélèvement est mise en fonctionnement à 0,25 L/min pour évaporer la totalité de ce micro volume (minimum 45 min).

Les concentrations équivalentes dans l'air sont recalculées pour 120 L (8 h à 0,25 L/min).

Taux de récupération

3 niveaux de charge sont testés, de 0,1 à 1,7 fois la VLEP-8h.

Quantité collectée (µg)	14000	7000	700
Conc air correspondante (mg/m ³)	116,7	58,3	5,8
Volume d'air prélevé correspondant (L)	120	120	120
KT Moyen(%)	99,9	102,3	99
Coefficient de variation(%)	0,9	2,5	3,4

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Même méthode que pour les taux de récupération.

3 niveaux de charge sont testés, de 0,1 à 1,7 fois la VLEP-8h. Les cassettes sont stockées à température ambiante et dosées à J0, J+4, J+11 et J+25.

Quantité	Concentration équivalente	Fraction de VLEP-8h	Nb Jours	Taux de recouvrement
µg/filtre	mg.m ⁻³ (a)			(%)
14000	116,7	1,7	J+0	101
			J+4	100
			J+11	103
			J+25	103
7000	58,3	0,8	J+0	99
			J+4	102
			J+11	101
			J+25	99
700	5,8	0,1	J+0	101
			J+4	96
			J+11	98
			J+25	94

(a) Pour un prélèvement de 8 heures à 0,25 L/min. (120 L d'air)

Conclusion : L'acide méthacrylique se conserve un mois à température ambiante (**Rendement moyen 99,7 %, CV moyen 2,8 %**).

Informations complémentaires

Exemples de chromatogramme

Conditions analytiques

- Appareil DIONEX avec une précolonne AG12A, une colonne AS12A et une membrane de suppression ASRS-I.
- Éluant : 2,7 mM Na₂CO₃ et 0,3 mM NaHCO₃, débit : 1 mL/min.
- Régénérant : 25 mM H₂SO₄, débit : 5 mL/min.
- Volume injecté : 25 µL
- Filtre en fibre de quartz utilisé (Whatman QMA ref.1851-037)
- Matrice FQI = solution dans l'éluant + 1 filtre en fibre de quartz imprégné

Étalon à 5 mg/L en méthacrylique dans la matrice FQI et éluant

