

## Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_26	Méthanol M-26

### Données de validation principales

#### Généralités

Substance \_\_\_\_\_ Méthanol  
Existe-t-il une VLEP ? \_\_\_\_\_ oui  
VLEP 8h \_\_\_\_\_ 260 mg/m<sup>3</sup>  
Existe-t-il une VLEP CT ? \_\_\_\_\_ oui  
VLEP CT \_\_\_\_\_ 1300 mg/m<sup>3</sup>

#### Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation a été choisi en fonction des valeurs en vigueur à la date des essais. Afin de connaître les valeurs actuelles, se reporter au document **ED 984**<sup>1</sup>

<sup>1</sup> <http://www.inrs.fr/media.htm?refINRS=ED%20984>

Débit prélèvement \_\_\_\_\_ 70 mL/min

#### Conditions analytiques

##### 1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation \_\_\_\_\_ 200 °C

Programme de température \_\_\_\_\_ non

##### 1 colonne :

Colonne \_\_\_\_\_ POLAIRE

Nature phase \_\_\_\_\_ Poly Ethylène Glycol

Température d'utilisation \_\_\_\_\_ 60 °C

Programme de température \_\_\_\_\_ non

Commentaires \_\_\_\_\_ une diméthylpoysiloxane peut convenir

##### 1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

Température \_\_\_\_\_ 200 °C

#### Validation Méthode Analytique

##### Limite détection (LD) :

Limite de détection : 23 ng injectés soit 115 µg sur le dispositif

Limite de détection (LD) \_\_\_\_\_ 115 µg sur le dispositif

##### Réponse analytique - linéarité :

La linéarité du détecteur pour le méthanol a été vérifiée de 26 à 520 mg/m<sup>3</sup> pour une quantité de substance correspondant à un prélèvement de 5 L à 70 mL/min.

## Taux de récupération

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

Conc air correspondante (mg/m <sup>3</sup> )	26	260	520
Quantité collectée (µg)	0,13	1,3	2,6
Volume d'air prélevé correspondant (L)	5	5	5
KT1(%)	94,7	96,5	94
KT2(%)	94,7	93	98,8
KT3(%)	94,7	96,2	92,2
KT Moyen(%)	95		
Ecart type	2		

## Conservation après prélèvement

### Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Essais de conservation K<sub>C</sub>

Ces dispositifs ont été conservés 8 jours au réfrigérateur (4°C, à l'abri de la lumière)

Quantité de substance correspondant à un prélèvement de 5 L à 70 mL/min	K <sub>C1</sub> (%)	K <sub>C2</sub> (%)	K <sub>C3</sub> (%)
0,13 mg (26 mg/m <sup>3</sup> )	91,2	95,7	91,6
1,3 mg (260 mg/m <sup>3</sup> )	93,0	92,4	91,9
2,6 mg (520 mg/m <sup>3</sup> )	87,6+0,6=88,2	74,6+15,4=90,0	92,2+1,1=93,3

Valeur moyenne de K<sub>C</sub> : 91,9 % ; écart-type : 2,1 %

### Remarque

Pour une quantité de substance de 2,6 mg, le méthanol a tendance à migrer sur la deuxième plage. Le résultat obtenu en faisant la somme des concentrations des deux plages semble aléatoire.

## Solutions écartées

Tableau comparatif : Prélèvement de Méthanol sur 10 supports

Conditions analytiques Support de collecte	Colonne et T°C détecteur	Poids du support de collecte	Quantité de produit sur le support de collecte (en µL)	Quantité de produit ramené à 250 mg de support de collecte (en µL)	Volume prélevé (en L)	Débit de prélèvement	Solvant et temps de désorption	K <sub>T</sub> à 260 mg/m <sup>3</sup> (1 <sup>re</sup> - 2 <sup>e</sup> plage)
Carboxen 563 (30/45)	Tenax - 1,5 m 70°C - FID	300 mg 200/100	3,3	2,8	10	50 mL/min	H <sub>2</sub> O 10 min	10,0 % (2-8)
Carboxen	Tenax -	340 mg	3,3	2,4	10	50 mL/min	H <sub>2</sub> O	7,2 %

564 (20/45)	1,5 m 70°C - FID	230/110					10 min	(3-4,2)
Carboxen 569 (20/45)	Tenax - 1,5 m 70°C - FID	310 mg 210/100	3,3	2,7	10	50 mL/min	H <sub>2</sub> O 10 min	30,2 % (11,2-19)
Carboxen 1000 (60/80)	Tenax - 1,5 m 70°C - FID	275 mg 185/90	3,3	3	10	50 mL/min	H <sub>2</sub> O 10 min	14,3 % résultats hétérogènes
Carboxen 1003 (45/60)	Tenax - 1,5 m 70°C - FID	260 mg 170/90	3,3	3,2	10	50 mL/min 25 mL/min 100 mL/min	H <sub>2</sub> O CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> 10 min	65,5 % (44- 21,5) 15,6 % (0- 15,6) 0,0 %
Carbosieve SII (60/80)	Tenax - 1,5 m 70°C - FID	350 mg 230/120	3,3	2,4	10	50 mL/min	H <sub>2</sub> O 10 min	85,9 % peut migrer sur la 2 <sup>e</sup> plage
Carbosieve SIII (60/80)	Tenax - 1,5 m 70°C - FID	400 mg 270/130	3,3	2,1	10	50 mL/min	H <sub>2</sub> O 10 min	61,3 % (20,6-40,7)
Gel de silice MERCK (35-70)	Tenax - 2 m 70°C - FID	1,7 g 1,1/0,6	10	1,5	30	1 L/min	H <sub>2</sub> O 10 min	74,4 % (24,4-50) (non répétable)
Gel de silice SKC (tub.com.)	Tenax - 1,5 m 60°C - FID	780 mg 520/260	1,7	0,54	5	70 mL/min	H <sub>2</sub> O 2 à 3 heures	93,8 % (93,8-0) conservation satisfaisante
Charbon actif SKC (tub.com.)	Tenax - 1,5 m 70°C - FID	150 mg 100/50	1,7	2,8	5	70 mL/min	H <sub>2</sub> O 2 à 3 heures	19,2 % (6,6-12,6)