

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_16	Sulfure de carbone M-16

Données de validation principales

Généralités

Validation pour VLEP 8h selon le protocole de mise au point de 2011

Substance _____ Disulfure de carbone

Existe-t-il une VLEP ? _____ oui

VLEP 8h _____ 15 mg/m³

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

VLEP-CT _____ 75 mg/m³

Choix du domaine de validation :

Date des essais : novembre 2011 à septembre 2012

Les valeurs limites d'exposition prises comme références pour les essais sont celles proposées pour le sulfure de carbone jusqu'au 9 mai 2012.

Les essais réalisés en septembre 2012 ont permis de tenir compte de la VLEP 8h française réglementaire contraignante de 15 mg/m³, fixée par décret n° 2012-746 du 9 mai 2012.

Pour connaître les Valeurs limites en vigueur consulter le **Outil65**.¹

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

Le domaine de validation pour VLEP 8h : dixième de VLEP 8h à 2 fois la VLEP 8h

La validation pour VLEP CT a été faite à part et les données sont dans Validation 2

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 0,1 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT

Température d'utilisation _____ 180 °C

Division :

1/15

1 colonne :

Colonne _____ ■ SEMI-POLAIRE

Nature phase _____ ■ 6% cyanopropyl-phényl/94% diméthylpolysiloxane ultra low bleed

Granulométrie _____ 1,4 µm

Longueur _____ 30 m

Diamètre _____ 0,25 mm

Température d'utilisation _____ 40 °C

Programme de température _____ oui

Commentaires _____

temps min	temp initiale °C	température finale °C	rampe °C/min
0	40		
4	40	100	20

1 détecteur :

SPECTROMETRIE DE MASSE

Température _____ 180 °C

Ion de dosage _____ 76

Ion de référence 1 _____ 44

Ion de référence 2 _____ 38

Commentaires _____

	début d'acquisition	fin d'acquisition	m/z	m/z	m/z
CS ₂	3,5 min	3,76 min	76	44	38
2-butanone	5,5 min	5,80 min	72	57	43

température de l'interface 180°C, température de la source 180°C

Validation Méthode Analytique

Répétabilité _____ 0%

Limite détection (LD) :la limite de détection est de 0.017ng injectés, soit 0.17 µg sur le dispositif (pour 10mL de solvant de désorption) soit 0.003mg/m³ pour 48L prélevés

Limite de détection (LD) _____ 0,17 µg sur le dispositif

Réponse analytique - linéarité :

La linéarité du détecteur a été vérifiée jusqu'à 82 µg/mL. Au delà de cette concentration, les échantillons analysés sont dilués.

Quantité collectée (µg)	36	360	720	1440
Conc air correspondante (mg/m ³)	1,5	15	30	30
Volume d'air prélevé correspondant (L)	24	24	24	48
KT1(%)	90,3	92	95,1	96,1
KT2(%)	88,2	91,5	94,2	97,7
KT3(%)	90,3	92,4	94,8	92,9
KT4(%)	87,7	91,1	94,7	
KT5(%)	88,3	91,9	94,2	
KT6(%)	88	92	95,2	
KT Moyen(%)	88,8	91,8	94,8	95,6
Ecart type	1,18	0,45	0,43	2,44

Efficacité de piégeage

L'efficacité de rétention du dispositif a été vérifiée et confirmée pour le CS₂, à l'aide de 3 dispositifs dopés d'une quantité équivalente à un prélèvement de 8 heures à 2 VLEP(8h), désorbés et dosés après passage d'air pendant 8 heures, au débit de 100 mL/min.

La quantité de substance récupérée dans la section secondaire du dispositif de prélèvement est inférieure à 5 % de la quantité totale récupérée.

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Les dispositifs sont dopés avec deux charges (q₁ et q₂) de CS₂ puis conservés à 4°C 8 jours, 15 jours. Un troisième test avec la charge q₂ est effectué à 28 jours.

Au-delà de 15 jours de conservation, la quantité de substance récupérée dans la section secondaire du dispositif de prélèvement est supérieure à 5 % de la quantité totale récupérée et le prélèvement ne peut plus être considéré comme représentatif de l'exposition. Voir tableau de résultats 28 jours ci-dessous.

	Quantité de CS ₂ sur le dispositif de prélèvement
	(concentration correspondante pour 24 L d'air)
	1440 µg (60 mg/m ³)
K _{C1}	89,7 % + 8,5 % sur la 2 ^e plage
K _{C2}	89,0 % + 9,1 % sur la 2 ^e plage
K _{C3}	86,4 % + 11,1 % sur la 2 ^e plage

Résultats des conservations 8 jours et 15 jours pour les deux charges q₁ et q₂.

q₁

Niveau de charge 1 (q₁) _____ 22,5 µg

Conc air _____ 0,92 mg/m³

pour _____ 24 L prélevés

q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 1440 µg
 Conc air _____ 30 mg/m³
 pour _____ 48 L prélevés

Temps de conservation

Temps 1 _____ 8 jour(s)(s) à 4 °C
 Temps 2 _____ 15 jour(s)(s) à 4 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	104,5	99,2
Kc2(%)	102,8	98,5
Kc3(%)	98,3	98,5
Kc Moyen(%)	101,9	97,8
Ecart type	3,2	0,36

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	91,4	97,5
Kc2(%)	88,8	99,4
Kc3(%)	88,3	102,6
Kc Moyen(%)	89,5	99,8
Ecart type	1,66	2,58

Données de validation - données 2

Validation pour VLCT 15 minutes

Taux de récupération			
Quantité collectée (µg)	22,5	225	450
Conc air correspondante (mg/m ³)	7,5	75	150
Volume d'air prélevé correspondant (L)	3	3	3
KT1(%)	89,8	92	92,3
KT2(%)	90,6	90,5	92,8
KT3(%)	87,2	93,4	92,4
KT4(%)	89,2	94,1	92,7
KT5(%)	87,3	94,3	90,7
KT6(%)	86,6	92,8	92,5
KT Moyen(%)	88,5	92,8	92,2
Ecart type	1,6	1,4	77

Conservation après prélèvement

Q1

Niveau de charge 1 (q1) _____ 22,5 µg
 Conc air _____ 7,5 mg/m³
 pour _____ 3 L prélevés

Q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 1440 µg
 Conc air _____ 480 mg/m³
 pour _____ 3 L prélevés

Temps de conservation

1. Temps 1 8 jour(s) à 4 °C
 2. Temps 2 15 jour(s) à 4 °C

	q1	q2
Kc1(%)	104,5	99,2
Kc2(%)	102,8	98,5
Kc3(%)	98,3	98,5
Kc Moyen(%)	101,9	97,8
Ecart type	3,2	0,36

	q1	q2
Kc1(%)	91,4	97,5
Kc2(%)	88,8	99,4
Kc3(%)	88,3	102,6
Kc Moyen(%)	89,5	99,8
Ecart type	1,66	2,58

Informations complémentaires

exemple de courbe d'étalonnage

- Exemples de gammes d'étalonnage :
- Préparer une 1^{ère} solution (S1) : environ 95 mg de CS₂ (75 µL exactement pesés) dans 6,7 g (5 mL exactement pesés) de dichlorométhane.
- Préparer une 2^{ème} solution (S2) : environ 21 mg de CS₂ (15 µL exactement pesés) dans 13,5 g (10 mL exactement pesés) de dichlorométhane.
 - Préparer des étalons de travail en effectuant les dilutions suivantes :

Pour la détection par spectrométrie de masse :

Étalon	Solution S1	Solution S2	Dichlorométhane	Concentration de l'étalon (e) obtenu ($\mu\text{g/g}$ en CS ₂)
Volumes exactement pesés				
e1	-	20 μL	20 mL	1,4
e2	-	25 μL	10 mL	3,5
e3	-	50 μL	10 mL	7
e4	-	100 μL	10 mL	14
e5	25 μL	-	10 mL	33
e6	50 μL	-	10 mL	66

L'étalonnage peut aussi s'effectuer en interne avec la 2- butanone

Exemple de chromatogrammes avec et sans étalon interne

