

## Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_15	NMP M-15

### Données de validation principales

#### Généralités

**Substance** \_\_\_\_\_ N-méthyl-2-pyrrolidone

#### Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation a été choisi en fonction de la valeurs limite allemande, à la date des essais : 80 mg/m<sup>3</sup>. Afin de connaître les valeurs actuelles, se reporter au document **ED 984**<sup>1</sup>

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

#### Dispositif de prélèvement :

**Débit prélèvement** \_\_\_\_\_ 0,5 L/min

#### Conditions analytiques

##### 1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

**Température d'utilisation** \_\_\_\_\_ 300 °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** \_\_\_\_\_ 200 °C

##### 1 détecteur :

DETECTION THERMOIONIQUE

**Température** \_\_\_\_\_ 300 °C

### Validation Méthode Analytique

#### Limite détection (LD) :

Limite de détection : 1,2 ng de N-méthyl-2-pyrrolidone injectée (ce qui correspond à 12 µg) de N-méthyl-2-pyrrolidone sur le support ou 0,4 mg/m<sup>3</sup> dans l'atmosphère pour les conditions opératoires indiquées).

**Limite de détection (LD)** \_\_\_\_\_ 12 µg sur le dispositif

#### Réponse analytique - linéarité :

La linéarité du détecteur a été vérifiée jusqu'à  $160 \text{ mg/m}^3$  pour un prélèvement de 30 L

## Taux de récupération

Une quantité connue du polluant (en solution dans le solvant de désorption) est déposée directement à l'entrée du tube. Un volume connu d'air propre est alors pompé au-travers de l'échantillonneur.

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

Conc air correspondante ( $\text{mg/m}^3$ )	4	8	80
Quantité collectée ( $\mu\text{g}$ )	120	240	2400
Volume d'air prélevé correspondant (L)	30	30	30
KT1(%)	99,2	97,3	100
KT2(%)	95,9	94,3	99,3
KT3(%)	92,9	93,5	95,4
KT Moyen(%)	96,5		
Ecart type	3,3		

## Conservation après prélèvement

### Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

méthode antérieure au protocole de mise au point de 2011 avec 3 charges et une durée de conservation de 8 jours

Essais de conservation -  $K_C$

Ces essais ont été conduits sur 8 jours. Les tubes sont conservés au réfrigérateur. Les essais de conservation à température ambiante ont mis en évidence une migration du polluant sur la deuxième page.

Quantité de substance sur le support	$K_{C1}$ (%)	$K_{C2}$ (%)	$K_{C3}$ (%)
120 $\mu\text{g}$ ( $4 \text{ mg/m}^3$ )	97,0	96,0	96,4
240 $\mu\text{g}$ ( $8 \text{ mg/m}^3$ )	91,4	99,9	97,1
2 400 $\mu\text{g}$ ( $80 \text{ mg/m}^3$ )	96,6	89,3	93,3

Valeur moyenne de  $K_C$  : 95,2 % ; écart-type : 3,3

## Informations complémentaires

Gamme d'étalonnage et chromatogrammes

### Préparer une gamme de solutions étalon de la façon suivante :

- Préparer une solution-mère en pesant exactement 120 mg de N-méthyl-2-pyrrolidone diluée dans 10 mL d'acétone + H<sub>2</sub>O (95 :5) puis effectuer les dilutions suivantes :
  - 10  $\mu\text{L}$  de cette solution-mère (120  $\mu\text{g}$ ) dilués dans 5 mL d'acétone + H<sub>2</sub>O (95 :5).
  - 20  $\mu\text{L}$  de cette solution-mère (240  $\mu\text{g}$ ) dilués dans 5 mL d'acétone + H<sub>2</sub>O (95 :5).
- Préparer une deuxième solution-mère en pesant exactement 2 400 mg de N-méthyl-2-pyrrolidone diluée dans 10 mL d'acétone + H<sub>2</sub>O (95 :5) puis effectuer la dilution suivante :
  - 10  $\mu\text{L}$  de cette solution-mère (2 400  $\mu\text{g}$ ) diluée dans 5 mL d'acétone + H<sub>2</sub>O (95 :5).

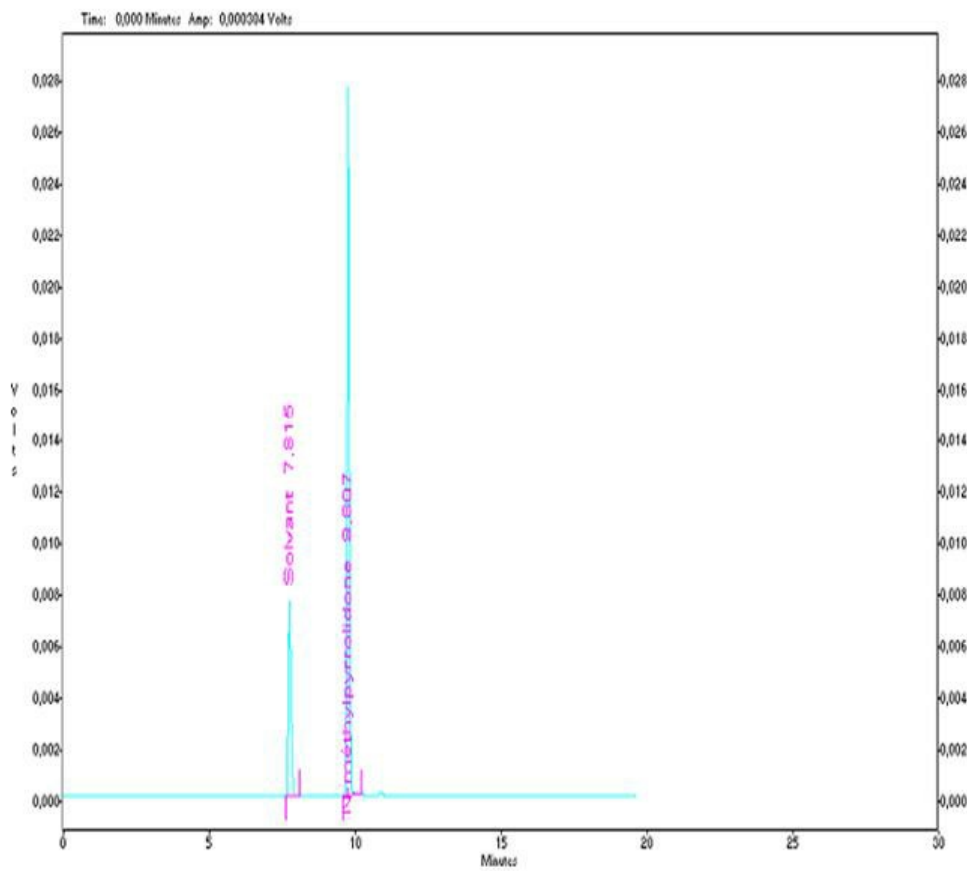
Cette gamme correspond à une plage de concentrations allant de  $4 \text{ mg/m}^3$  à  $80 \text{ mg/m}^3$  de

N-méthyl-2-pyrrolidone dans l'air pour un prélèvement de 30 L Ci-joint les chromatogrammes obtenus pour la n-méthyl-2-pyrrolidone, n-vinyl-2-pyrrolidone, n-éthyl-2-pyrrolidone.

## Conditions chromatographiques

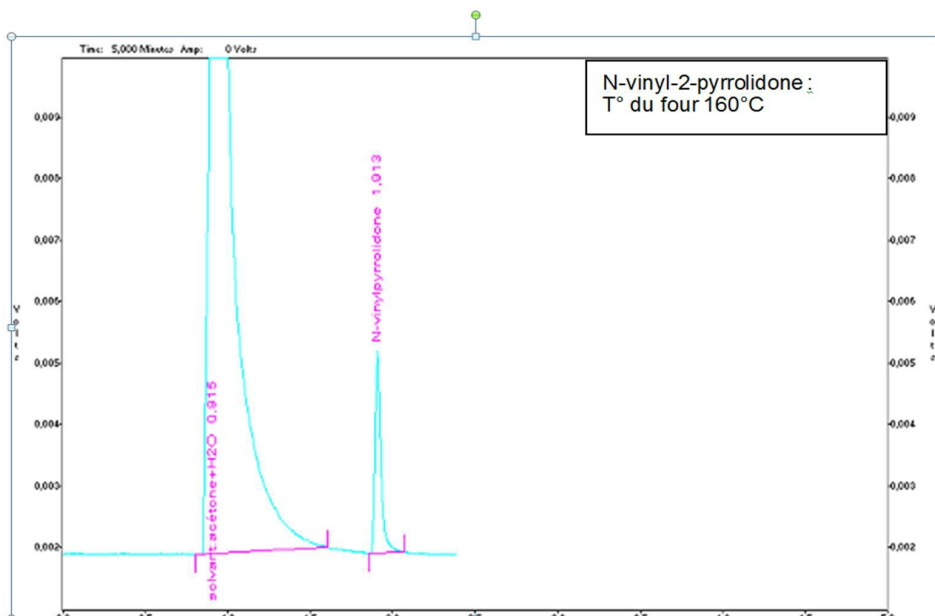
- Détecteur thermoionique.
- Colonne Supelcowax 10, longueur 30 m,  $\varnothing$  intérieur 0,53 mm, épaisseur de film 0,5  $\mu\text{m}$ .
- Température de l'injecteur et du détecteur : 300°C.
- Volume d'injection : 1  $\mu\text{L}$

## Chromatogramme : N-méthyl-2-pyrrolidone : T° du four 200°C



N-méthyl-2-pyrrolidone :  
T° du four 200°C

## Chromatogramme : N-vinyl-2-pyrrolidone : T° du four 160°C



N-vinyl-2-pyrrolidone :  
T° du four 160°C

## Chromatogramme : N-éthyl-2-pyrrolidone : T° du four 175°C

