

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_76	N-Ethyl-2-pyrrolidone M-76

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ N-Ethyl-2-pyrrolidone

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**¹

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

La valeur limite allemande à la date des essais a servi de référence : 80 mg/m³.

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 0,5 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation _____ 300 °C

Volume injecté _____ 1 µL

1 colonne :

Colonne _____ ■ POLAIRE

Nature phase _____ ■ Poly Ethylène Glycol

Longueur _____ 30 m

Diamètre _____ 0,53 mm

Epaisseur de film _____ 0,5 µm

Température d'utilisation _____ 175 °C

1 détecteur :

DETECTION THERMOIONIQUE

Température _____ 300 °C

Validation Méthode Analytique

Limite détection (LD) :

Limite de détection : 0,1 ng de N-éthyl-2-pyrrolidone injectée (ou 480 ng de N-éthyl-2-pyrrolidone sur le support et 16. 10⁻³ mg/m³ dans l'atmosphère pour les conditions opératoires indiquées).

Limite de détection (LD) _____ 480 ng sur le dispositif

Réponse analytique - linéarité :

La linéarité du détecteur a été vérifiée jusqu'à 160 mg/m³ pour un prélèvement de 30 L.

Taux de récupération

La moyenne et l'écart type des taux de récupération sont calculés sur l'ensemble des valeurs.

Quantité collectée(µg)	240	2400	4800
Conc air correspondante (mg/m ³)	8	80	160
Volume d'air prélevé correspondant (L)	30	30	30
KT1(%)	95,5	94	98,7
KT2(%)	95,4	96	98,1
KT3(%)	93,1	95,9	95,4
KT Moyen(%)	95,8		
Ecart type	1,8		

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

(stockage des tubes 8 jours à température ambiante)

Quantité de substance sur le support (pour 30 L d'air prélevés)	K _{C1} (%)	K _{C2} (%)	K _{C3} (%)
240 µg (8 mg/m ³)	92.9	96.3	92.1
2400 µg (80 mg/m ³)	92.2	94.7	94.0
4800 µg (160 mg/m ³)	93.3	91.4	91.8

Valeur moyenne de K_C : 93,2 % ; écart-type : 1,6

Informations complémentaires

Gamme d'étalonnage et chromatogrammes et essais comparatifs des supports

Support	K _D , K _T , K _C	VME/10 (1,35µg NVP) Écart-type	VME/5 (2,7µg NVP) Écart-type	VME (13,5µg NVP) Écart-type	2 VME (27 µg NVP) Écart-type	Valeurs moyennes de K _D , K _T , K _C Écart-type
XAD2 désorbé dans du toluène (100 %) puis soumis 5 min aux ultra-sons.	K _D		90,7 % 10,7	97,3 % 4,0	102,7 % 4,2	96,9 % 8,0
	K _T		94,0 % 9,5	92,5 % 0,7	100,3 % 14,2	96,0 % 9,9
	K _C		93,8 % 6,9	98,0 % 1,4	87,0 % 2,6	92,3 % 6,2

XAD7 désorbé dans un mélange acétone + H ₂ O (95 :5) puis soumis 15 min aux ultra-sons	K _D	98,8 %	97,6 % 0,7	98,9 % 1,2	98,4 % 1,2	
	K _T	85,4 % 2,2	90,8 % 1,4	89,9 % 1,5	88,7 % 2,9	
	K _C	92,2 % 2,8	90,2 % 1,8	92,0 % 3,5	91,5 % 1,6	

Les essais ont été réalisés dans la gamme de 2,7 µg à 27,0 µg de NVP sur le support (sur 3 échantillons à chaque fois).

Préparer une gamme de solutions étalon de la façon suivante :

- Préparer une solution-mère en pesant exactement 240 mg de N-éthyl-2-pyrrolidone diluée dans 10 mL d'acétone + H₂O (95 :5) puis effectuer les dilutions suivantes :
 - 10 µL de cette solution-mère(240 µg) diluée dans 5 mL d'acétone + H₂O (95 :5).
- Préparer une deuxième solution-mère en pesant exactement 2400 mg de N-éthyl-2-pyrrolidone diluée dans 10 mL d'acétone + H₂O (95 :5) puis effectuer la dilution suivante :
 - 10 µL de cette solution-mère (2 400 µg) diluée dans 5 mL d'acétone + H₂O (95 :5).
 - 20 µL de cette solution-mère (4 800 µg) diluée dans 5mL d'acétone + H₂O (95 :5).

Cette gamme correspond à une plage de concentrations allant de 8 mg/m³ à 160 mg/m³ de N-éthyl-2-pyrrolidone dans l'air pour un prélèvement de 30 L.

Ci-joint les chromatogrames obtenus pour la n-méthyl 2- pyrrolidone, n-vinyl-2 pyrrolidone, n-éthyl-2 pyrrolidone, en FID, en masse

- [091 chromatogram.docx](#)
- [091 chromatogram MS.docx](#)