

## Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_432	Chloroforme M-432

### Données de validation principales

#### Généralités

##### Validation du tube contenant deux plages de 100 et 50 mg de charbon actif.

Substance \_\_\_\_\_ Chloroforme

VLEP 8h \_\_\_\_\_ 10 mg/m<sup>3</sup>

Existe-t-il une VLEP-CT? \_\_\_\_\_ oui

VLEP-CT \_\_\_\_\_ 250 mg/m<sup>3</sup>

#### Choix du domaine de validation :

Le domaine de validité de cette méthode doit correspondre à une plage de quantités de chloroforme prélevé comprise entre 18,75 µg qui correspond au dixième de la VLEP-CT prélevé 15 minutes à 50 mL/min et 480 µg qui correspond à 2xVLEP-8h prélevé 8 heures à 50 mL/min. Le domaine de validation de la méthode est plus étendu sur la limite haute en raison d'une contrainte technique de réalisation de dopage expliquée plus bas.

La validation de la méthode est réalisée en suivant le **protocole de mise au point des prélèvements et analyse des gaz et vapeurs** <sup>1</sup>.

<sup>1</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-gaz-actif.pdf>

#### Dispositif de prélèvement :

tube de charbon actif 100/50 mg

Débit prélèvement \_\_\_\_\_ 0,05 L/mn

## Conditions analytiques

### 1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation \_\_\_\_\_ 250 °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 \_\_\_\_\_ 40 °C

Commentaires \_\_\_\_\_ Colonne utilisée pour la mise au point : Supelcowax 10.  
Le chloroforme sortant en moins de 10 minutes à 60 °C il est conseillé d'effectuer un palier à 250 °C en fin d'analyse afin d'éliminer les potentiels polluants restés sur la colonne.

### 1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

Température \_\_\_\_\_ 250 °C

## Validation Méthode Analytique

### Description de la méthode :

Les tests de validation de la méthode analytique ont été déterminés en appliquant le **protocole de mise au point des prélèvements et analyse des gaz et vapeurs<sup>2</sup>**.

<sup>2</sup><https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-gaz-actif.pdf>

### Répétabilité :

La répétabilité a été vérifiée en injectant 10 fois une solution à 55,2 µg de chloroforme par mL de CS<sub>2</sub>.

Répétabilité \_\_\_\_\_ 2,06%

Limite de détection (LD) \_\_\_\_\_ 5,4 µg sur le dispositif

Limite de quantification (LQa) \_\_\_\_\_ 9,8 µg sur le dispositif

### Réponse analytique - linéarité :

La linéarité a été vérifiée entre 4,51 µg/mL et 1800 µg/mL.

## Taux de récupération

Les dispositifs de prélèvement sont dopés en phase vapeur en déposant une solution de chloroforme dans le CS<sub>2</sub> dans une ampoule balayée par un flux d'air aspiré à l'aide de la pompe de prélèvement à travers le tube de charbon actif. Cependant pour la quantité la plus élevée, correspondant à 2 VLEP-8h prélevé 9 heures, ce mode opératoire est rendu impossible en raison de la trop grande quantité de CS<sub>2</sub> qu'il serait nécessaire de déposer. Par conséquent, le point haut est réalisé par dépôt de chloroforme liquide pur sur le tampon de laine de verre à l'entrée du tube. La valeur de 685 µg correspond à la plus petite valeur qu'il a été possible de déposer avec une précision compatible avec le niveau d'exigence requis.

Les taux de récupération sont conformes.

	essai 1	essai 2	essai 3	essai 4
Quantité déposée (µg)	13	23	60	685
KT1(%)	98,6	99,4	97,9	99,6
KT2(%)	97,8	98,5	95,9	97,1
KT3(%)	98,2	97,9	96,2	99,4
KT4(%)	100,2	98	97,7	99,4
KT5(%)	99,9	99,8	96,7	98,9
KT6(%)	98,1	97,5	97,0	101,2
KT Moyen(%)	98,8	98,5	96,9	99,3
Coefficient de variation(%)	1	0,9	0,8	1,7

## Efficacité de piégeage

La charge élevée lors de la détermination du taux de récupération et balayée 9 heures montre que l'efficacité du piégeage du tube est suffisante.

## Conservation après prélèvement

### Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

La charge 2 a été réalisée en déposant 1 µL de chloroforme pur dans l'ampoule qui a ensuite été balayée par un courant d'air à 50 mL/min d'où la quantité importante.

Les tests de conservation sont conformes au protocole.

### q1

Niveau de charge 1 (q1) \_\_\_\_\_ 24,8 µg

### q2

Niveau de charge 2 (q2) \_\_\_\_\_ 1639 µg

## Temps de conservation

Temps 1 \_\_\_\_\_ 7 jours à 20 °C

Temps 2 \_\_\_\_\_ 7 jours à 20 °C puis 21 jours à 4 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	100,1	92,7
Kc2(%)	100,4	94,3
Kc3(%)	94,6	96,1
Kc Moyen(%)	98,4	94,4
Coefficient de variation (%)	3,3	1,8

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	95,8	97,3
Kc2(%)	98,8	95
Kc3(%)	99,4	96,2
Kc Moyen(%)	98	96,2
Coefficient de variation (%)	2	1,2

## Données de validation - données 2

### Validation partielle du tube contenant deux plages de 400 et 200 mg de charbon actif.

Les conditions de traitement d'échantillons et d'analyse sont les mêmes que pour le tube de charbon actif 100/50 mg. Débit de prélèvement 0,05 L/min, désorption dans 4 mL de CS<sub>2</sub>.

### Taux de récupération

L'essai de taux de récupération est conforme.

	essai 1	essai 2	essai 3	essai 4
Quantité déposée (µg)	24	234	2980	7450
KT1(%)	97,7	96,9	99,2	95,3
KT2(%)	99,1	95,8	97,1	96
KT3(%)	98,7	98,9	99,8	97,4
KT4(%)	98,4	98	97,7	97,1
KT5(%)	98,7	99,5	98,3	96,3
KT6(%)	97,9	95,8	95,2	95,2
KT Moyen(%)	98,4	97,5	97,9	96,2
Coefficient de variation(%)	0,5	1,6	1,7	0,9

## Conservation après prélèvement

q1

Niveau de charge 1 (q1) \_\_\_\_\_ 24 µg

q2

Niveau de charge 2 (q2) \_\_\_\_\_ 1490 µg

## Temps de conservation

1. Temps 1 7 jours à 20 °C
2. Temps 2 7 jours à 20 °C puis 21 jours à 4 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	97,9	97,3
Kc2(%)	98,3	100,8
Kc3(%)	99	98,1
Kc Moyen(%)	98,4	98,7
Coefficient de variation (%)	0,6	1,5

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	94,5	95,1
Kc2(%)	97,4	99,1
Kc3(%)	94,9	100,1
Kc Moyen(%)	95,6	98,1
Coefficient de variation (%)	1,6	2,2