

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_30	Dichlorométhane M-30

Données de validation principales

Généralités

Mars 2023 : Nouvelle validation du prélèvement et de l'analyse du dichlorométhane suivant le protocole **Mise au point des méthodes de prélèvement et d'analyse des gaz et vapeurs organiques dans l'air des lieux de travail** ¹.

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

Substance _____ Dichlorométhane

Existe-t-il une VLEP ? _____ oui

VLEP 8h _____ 178 mg/m³

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

VLEP-CT _____ 356 mg/m³

Choix du domaine de validation :

Le domaine de validité de cette méthode doit correspondre à une plage de quantité de dichlorométhane prélevé comprise entre 10,7 µg qui correspond au dixième de la VLEP-CT prélevé 15 minutes à 20mL/min et 3416 µg qui correspond à 2*VLEP-8h prélevé 8heures à 20 mL/min. Le domaine de validation est plus étendu sur la borne haute en raison d'une contrainte technique de réalisation de dopage expliquée plus bas.

Dispositif de prélèvement :

Tube contenant deux plages de Carboxen 564[®]. Le débit de 20 mL/min permet de diminuer les quantités de dichlorométhane dont les VLEP-8h et VLEP-CT sont très élevées. Un prélèvement à 0,05 L/min est possible à condition de s'assurer de la capacité du tube.

Débit prélèvement _____ 0,02 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation _____ 250 °C

Division :

split 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 _____ 60 °C

Commentaires _____ Pour la mise au point la colonne utilisée est une SUPELCOWAX 10

1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

Température _____ 250 °C

Validation Méthode Analytique

Description de la méthode :

Tous les paramètres de validation de la méthode sont déterminés en suivant le **protocole de mise au point** ² des méthodes de prélèvement et d'analyse des gaz et vapeurs.

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

Répétabilité _____ 2%

Limite de détection (LD) _____ 2,54 µg sur le dispositif

Limite de quantification (LQa) _____ 3,78 µg sur le dispositif

Réponse analytique - linéarité :

La linéarité est vérifiée entre 4,61 µg/mL et 3500 µg/mL de dichlorométhane.

Taux de récupération

Les dispositifs de prélèvement sont dopés en phase vapeur en déposant une solution de dichlorométhane dans le CS₂ dans une ampoule balayée par un flux d'air aspiré à l'aide de la pompe de prélèvement à travers le tube de carboxen. 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 CS₂ qu'il serait écessaire de déposer. Par conséquent pour le point haut, le dopage est réalisé par un dépôt de dichlorométhane pur dans l'ampoule. la valeur 5300 µg est la plus petite valeur qu'il est possible de déposer avec une précision compatible avec le niveau d'exigence requis.

Les taux de récupération sont conformes aux exigences du protocole de mise au point.

	essai 1	essai 2	essai 3	essai 4	essai 5
Quantité déposée (µg)	9,55	71	430	1568	5300
KT1(%)	99,9	96,6	98,4	99,1	99,1
KT2(%)	97,2	98,8	97,4	95,9	98,8
KT3(%)	99,4	97,9	99,0	95,1	99,4
KT4(%)	99,6	98,3	100,20	97,2	98,6
KT5(%)	99,2	98,9	99,1	98,4	99,3
KT6(%)	100,2	98,6	98,2	96,7	100,2
KT Moyen(%)	99,8	98,2	98,7	96,6	99,3
Coefficient de variation(%)	1,4	0,8	1,0	1,2	0,6

Efficacité de piégeage

Les tubes dont la charge est de 5300 µg (> 2 VLEP-8h) ont été prélevés pendant 9 heures, ce qui permet d'éprouver la capacité de piégeage et de vérifier l'absence de claquage.

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Les tests de conservation sont conformes aux exigences du protocole de mise au point.

q1

Niveau de charge 1 (q1) _____ 11 µg

q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 5300 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(%)	101,2	102,6
Kc2(%)	91,7	98,1
Kc3(%)	106	94,5
Kc Moyen(%)	99,6	98,4
Coefficient de variation (%)	7,3	4,1

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	95,3	97,4
Kc2(%)	99,3	93,3
Kc3(%)	98,4	95,9
Kc Moyen(%)	98,4	95,9
Coefficient de variation (%)	3	2

Calcul d'incertitude

Incertitude à venir

Solutions écartées

Choix du tube Carboxen 564[®]

Des essais ont été menés sur des tubes de charbon actif, ils donnent des résultats satisfaisants ; cependant l'utilisateur prend le risque d'être confronté à des problèmes de migration du dichlorométhane sur la deuxième page si le tube n'est pas analysé immédiatement. C'est pourquoi il est préconisé d'utiliser des tubes carboxen 564[®].

comparaison conservations carboxen 564 et charbon actif

Quantité de dichlorométhane sur le tube (mg)	carboxen 7 jours 20 °C	carboxen 14 jours 20 °C	Carboxen 7 jours 4 °C	Carboxen 14 jours 4 °C	Charbon actif 7 jours 20 °C	Charbon actif 14 jours 20 °C	Charbon actif 7 jours 4 °C	charbon actif 14 jours 4 °C
2,65	101,9	98,8	99,2	99,6	86,4/13,5*	73,7/26,2*	102,7/0,8*	92,3/7,3*
6,63	101/1,3*	97,9	103,6	100,4	73,6/26,2*	66,4/32,9*	90,9/9,5*	92,9/17,7*

* récupération sur la deuxième page