

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ N-méthyl-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

Outil65¹

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

Dispositif de prélèvement :

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation _____ 250 °C

1 colonne :

Colonne _____ ■ APOLAIRE

Nature phase _____ ■ 5% Phényl 95% Diméthylpolysiloxane

Longueur _____ 30 m

Diamètre _____ 0,32 mm

Epaisseur de film _____ 0,25 µm

Température d'utilisation _____ 120 °C

Programme de température _____ non

1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

Température _____ 250 °C

Recommandations particulières :

Étalon interne : undécane élué après la NMP.

Validation Méthode Analytique

Limite de quantification (LQa) :

La méthode permet de déterminer quantitativement 2 mg/m³ de substance dans l'air, pour un prélèvement de 50 litres (ce qui équivaut à 100 µg de NMP sur le support).

Limite de quantification (LQa) _____ 100 µg

Taux de récupération

V (µL) de NMP	K _{D1} (%)	K _{D2} (%)
10	101,4	99,2
50	103,4	104,5

Valeur moyenne K_D : 102,1 % ; écart-type : 2,3

Validation du solvant de désorption – mesure du K_D

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

Efficacité de piégeage

Mesure du coefficient global adsorption-désorption K_T

V (µL) de NMP	K _{T1} (%)	K _{T2} (%)
1	94,1	95,6
5	94,5	95,5
10	96,3	95,6

Valeur moyenne K_T : 95,7 % ; écart-type : 1,4

Informations complémentaires

Gamme d'étalonnage, chromatogrammes et essais de comparaison de supports

Comparaison des supports :

Support	K _D , K _T , K _C	VME/10 (1,35 µg NVP) Écart-type	VME/5 (2,7 µg NVP) Écart-type	VME (13,5 µg 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	

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 + H₂O (95 :5) puis effectuer les dilutions suivantes :
 - 10 µL de cette solution-mère (120 µg) dilués dans 5 mL d'acétone + H₂O (95 :5).
 - 20 µL de cette solution-mère (240 µg) dilués dans 5 mL d'acétone + H₂O (95 :5).
- Préparer une deuxième solution-mère en pesant exactement 2 400 mg de N-méthyl-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).

Cette gamme correspond à une plage de concentrations allant de 4 mg/m³ à 80 mg/m³ 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, en FID, en masse et les essais des supports réalisés.

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