

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_343	Phosgène M-343

Données de validation principales

Généralités

Validation de la méthode de prélèvement et d'analyse sur les tubes de XAD-2 imprégnés commerciaux.

Substance _____ Phosgène
Existe-t-il une VLEP ? _____ oui
VLEP 8h _____ 0,08 mg/m³
Existe-t-il une VLEP-CT ? _____ oui
VLEP-CT _____ 0,4 mg/m³
Dispositif de prélèvement :
Débit prélèvement _____ 1 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation 300 °C

Division :

1/5

Volume injecté 2 µL

Programme de température non

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 75 °C

Programme de température oui

Commentaires

T ini	T fin	temps	rampe
75 °C		1 min	
75 °C	160 °C		30 °C/min
160 °C	210 °C		10 °C/min

1 détecteur :

DETECTION THERMOIONIQUE

Température 300 °C

Validation Méthode Analytique

Description de la méthode :

Validation du dispositif commerciale pour des évaluations de VEP CT (15L)

Limite détection (LD) :

La valeur limite Ld est donné en phosgène (sachant que l'analyse se fait en tétrabutylurée). Ld en tétrabutylurée= 17 ng.

Limite de détection (LD) 6 ng sur le dispositif

Réponse analytique - linéarité :

La linéarité du détecteur a été vérifiée de 1,72 à 34,55 µg de tétrabutylurée, ce qui permet de suivre des concentrations aussi faible de le 1/10 de VLCT ou 1/10 de VLEP jusqu'à 2VLCT ou 2VLEP.

Taux de récupération

Détermination du taux de récupération incluant un temps de dérivation de 7 jours pour 15 L prélevés.
Les quantités données correspondent à des quantités de phosgène. (Ratio tetrabutylurée/phosgène = 2.9)

	essai 1	essai 2	essai 3
Quantité collectée (µg)	0,6	6	12
Conc air correspondante (mg/m³)	1,72	17,27	34,55
Volume d'air prélevé correspondant (L)	15	15	15
KT1(%)	79,6	88,5	91,7
KT2(%)	70	87,2	90,2
KT3(%)	71,1	85,4	91,1
Coefficient de variation(%)	7,14	1,79	0,83
KT Moyen(%)	73,57	87,03	91

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Conservation sur un prélèvement court terme incluant un temps de dérivation de 7 jours, suivi d'une conservation de 14 jours.
Quantités de phosgène

q1

Niveau de charge 1 (q1) _____ 0,6 µg
Conc air _____ 0,04 mg/m³
pour _____ 15 L prélevés

q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 12 µg
Conc air _____ 0,8 mg/m³
pour _____ 15 L prélevés

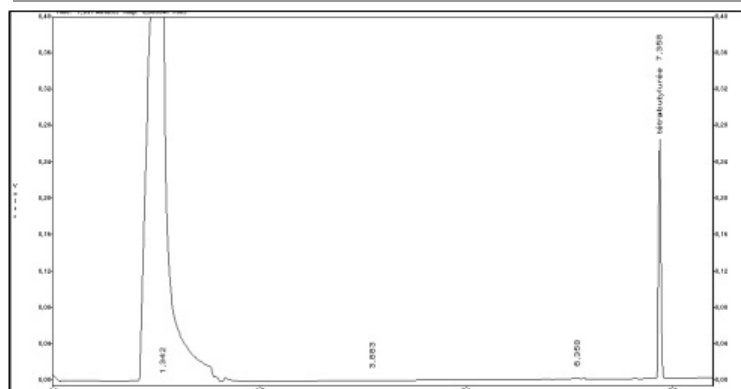
Temps de conservation

Temps 1 _____ 14 jour(s) à 20 °C

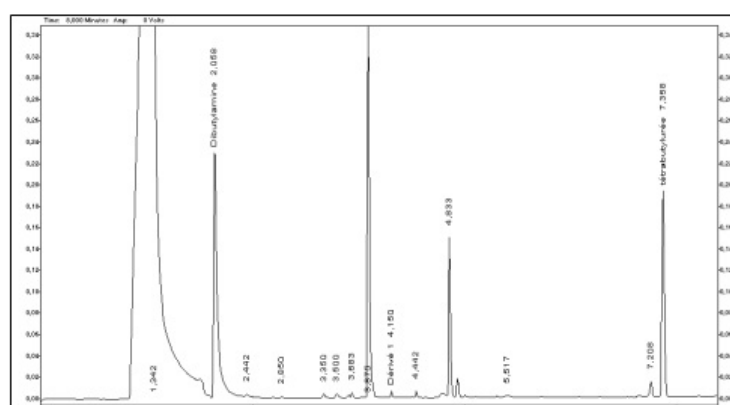
Taux de récupération T1	q1	q2
Quantité collectée (µg)	0,6	12
Kc1(%)	91,7	97
Kc2(%)		99
Kc3(%)		96,6
Kc Moyen(%)	91,7	97,53
Coefficient de variation (%)		1,32

Informations complémentaires

Exemple de chromatogramme et cinétique de dérivation du phosgène
Exemple de chromatogramme



Solution de référence de tétrabutylurée.



Prélèvement de phosgène sur XAD2, dérivé en présence de dibutylamine en tétrabutylurée.

Cinétique de réaction de dérivation du phosgène en tétrabutylurée

Temps écoulé entre mise en présence de la dibutylamine et analyse	Rendement de dérivation (quantité de phosgène dérivé/ quantité initiale de phosgène*100)
T = 30 min	3,1 %
T = 1 heure	4,2 %
T = 1 heure 30	5,7 %
T = 2 heures	7,2 %
T = 2 heures 30	8,8 %
T = 3 heures	10,3 %
T = 4 heures	11,7 %
T = 5 heures	15,4 %
T = 6 heures	21,4 %
T = 24 heures	60,6 %
T = 3 jours	96 %

- Préparation d'une solution de phosgène dans le n-heptane (6µg/5 mL).
- Mise en présence de dibutylamine.
- Analyse par chromatographie en phase gazeuse de la tétrabutylamine formée, aux temps T=30 min ; 1 h ; 1h30...