

## Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_459	MTBE M-459

### Données de validation principales

#### Généralités

**Données de validation du Méthyl-ter-butyl-éther pour les prélèvements long terme à 20 mL/min (données de validation principales) et court terme à 100 mL/min (données de validation 2).**

Essais de validation réalisés de novembre 2024 à mars 2025.

**Substance** \_\_\_\_\_ Méthyl-ter-butyl-éther

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

**VLEP 8h** \_\_\_\_\_ 183,5 mg/m<sup>3</sup>

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

**VLEP-CT** \_\_\_\_\_ 367 mg/m<sup>3</sup>

#### 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 **Outil65**<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> <https://www.inrs.fr/publications/bdd/vlep.html>

Le domaine de validation est compris entre le dixième de la VLEP-CT pour 15 minutes de prélèvement à 100 mL/min (soit 55,05 µg sur le support) et deux fois la VLEP-8h pour 8 heures de prélèvement à 20 mL/min (soit 3523,2 µg sur le support).

La méthode de validation utilisée est celle décrite dans la norme NF EN ISO 22065 "Air des lieux de travail - Gaz et vapeurs - Exigences pour l'évaluation des procédures de mesure à l'aide de dispositifs de prélèvement par pompage".

#### Dispositif de prélèvement :

Tube de charbon actif de 70 mm diam 6 mm (100 + 50 mg)

**Débit prélèvement** \_\_\_\_\_ 0,02 L/min

## Conditions analytiques

### 1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

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

Division :

20

Volume injecté \_\_\_\_\_ 1 µL

Programme de température \_\_\_\_\_ non

### 1 colonne :

Colonne \_\_\_\_\_ ■ APOLAIRE

Nature phase \_\_\_\_\_ ■ 100% Diméthyl polysiloxane

Longueur \_\_\_\_\_ 60 m

Diamètre \_\_\_\_\_ 0,32 mm

Epaisseur de film \_\_\_\_\_ 1 µm

Température d'utilisation \_\_\_\_\_ 55 °C

Programme de température \_\_\_\_\_ non

### 1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

Température \_\_\_\_\_ 250 °C

### Recommandations particulières:

Quand le MTBE, l'ETBE ou le TAME sont analysés en présence d'essence, la colonne doit être portée à 250°C pendant plus d'une heure après chaque injection, pour éliminer toute trace d'hydrocarbures pouvant interférer avec l'injection qui suit.

## Validation Méthode Analytique

### Description de la méthode :

La méthode a été validée selon le guide " **Mise au point de méthodes de prélèvement actif et désorption solvant pour les vapeurs de composés organiques<sup>2</sup>**".  
<sup>2</sup><https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-gaz-actif/metropol-analyse-validation-gaz-actif.pdf>

### Répétabilité :

Une solution étalon à 1,39 µg/mL est injectée 10 fois.

Répétabilité \_\_\_\_\_ = 1,1%

### Limite de détection (LD) :

La limite de détection correspond à une concentration de 0,16 mg/m<sup>3</sup> pour un prélèvement de 8h à 20 mL/min.

Limite de détection (LD) \_\_\_\_\_ 1,53 µg sur le dispositif

### Limite de quantification (LQa) :

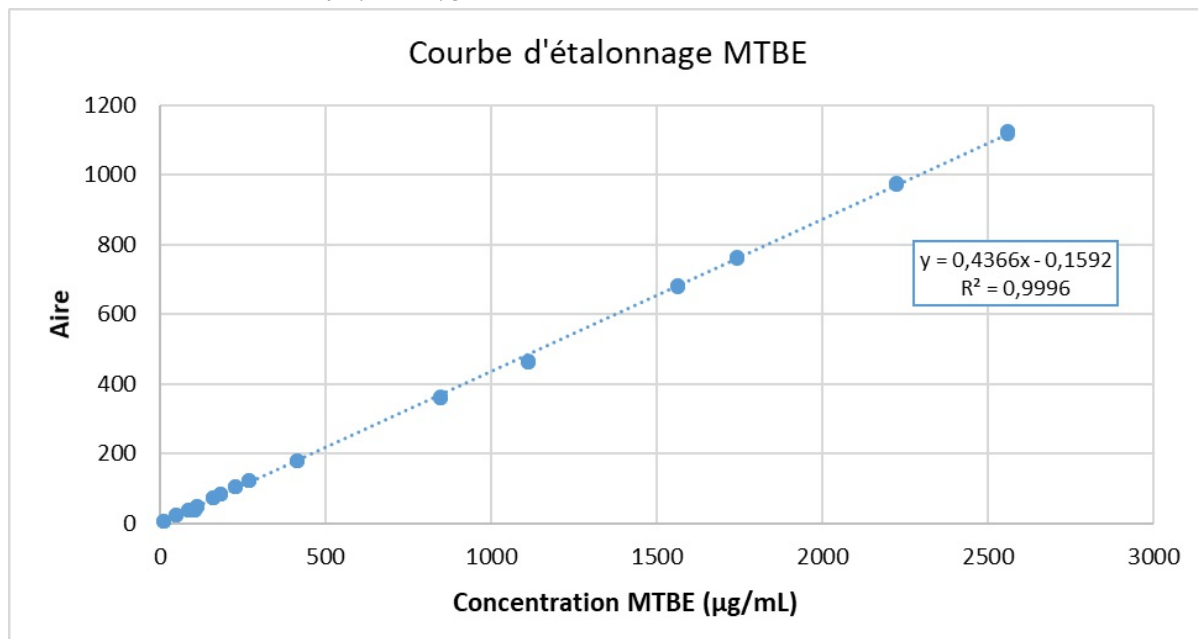
La limite de quantification correspond à une concentration de 0,53 mg/m<sup>3</sup> pour un prélèvement de 8h à 20 mL/min.

Limite de quantification (LQa) \_\_\_\_\_ 5,09 µg

### Réponse analytique - linéarité :

Aucun effet de matrice n'a été observé. Les solutions étalons sont préparées par dilution du MTBE dans l'acétone. Chaque constituant est pesé ; les différents volumes en mL sont calculés à partir de la masse et de la densité de chaque composé.

La linéarité du détecteur a été vérifiée jusqu'à 2560 µg/mL.



## Taux de récupération

Les taux de récupération ont été déterminés pour quatre niveaux de charge, par dopage en voie liquide puis vaporisation au sein d'une ampoule et prélèvement d'air ambiant pendant **8 heures à 20 mL/min**.

	essai 1	essai 2	essai 3	essai 4
Quantité déposée (µg)	180	890	1762	3619
KT1(%)	99	97	96	98
KT2(%)	98	96	97	99
KT3(%)	95	101	98	98
KT4(%)	96	97	98	99
KT5(%)	98	99	97	100
KT6(%)	96	101	96	98
KT Moyen(%)	97	98	97	99
Coefficient de variation(%)	1,9	2,1	1,0	1,0

## Efficacité de piégeage

Une quantité de 3964 µg de MTBE (correspondant à un prélèvement de 9 heures à 2 fois la VLEP-8h, à 20 mL/min) est déposée sur 6 supports de prélèvement, exposés ensuite à une atmosphère de 80 % d'humidité relative pendant 9h. Les deux plages des 6 tubes sont ensuite analysées. La totalité du MTBE est dosée sur la première plage, aucun MTBE n'est retrouvé sur la 2ème plage.

## Conservation après prélèvement

### q1

Niveau de charge 1 (q1) \_\_\_\_\_ 190,3 µg  
 Conc air \_\_\_\_\_ 19,8 mg/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 9,6 L prélevés

### q2

Niveau de charge 2 (q2) \_\_\_\_\_ 3634 µg  
 Conc air \_\_\_\_\_ 378,5 mg/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 9,6 L prélevés

## Temps de conservation

Temps 1 \_\_\_\_\_ 7 jour(s) à 20 °C  
 Temps 2 \_\_\_\_\_ 7 jour(s) à 20 °C puis 14 jour(s) à 4 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	101	98
Kc2(%)	99	97
Kc3(%)	102	98
Kc Moyen(%)	101	98
Coefficient de variation (%)	1,4	1

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	101	99
Kc2(%)	105	98
Kc3(%)	102	103
Kc Moyen(%)	103	100
Coefficient de variation (%)	2	2,8

## Données de validation - données 2

Données de validation du Méthyl-ter-butyl-éther pour les prélèvements court terme à 100 mL/min.

### Taux de récupération

Les taux de récupération ont été déterminés pour quatre niveaux de charge, par dopage en voie liquide puis vaporisation au sein d'une ampoule et prélèvement d'air ambiant pendant **15 minutes à 100 mL/min**.

	essai 1	essai 2	essai 3	essai 4
Quantité déposée (µg)	55,20	271,4	613,1	1042
KT1(%)	100	99	98	95
KT2(%)	99	100	95	94
KT3(%)	99	100	98	95
KT4(%)	98	100	95	92
KT5(%)	100	101	97	95
KT6(%)	99	100	95	97
KT Moyen(%)	99	100	95	93
Coefficient de variation(%)	0,8	0,6	1,7	1,6

### Efficacité de piégeage

Une quantité de 2200 µg de MTBE (correspondant à un prélèvement de 30 min à 2 fois la VLCT-15 min, à 100 mL/min) est déposée sur 3 supports de prélèvement, exposés ensuite à une atmosphère de 80 % d'humidité relative pendant 30 min. Les deux plages des 3 tubes sont ensuite analysées. La totalité du MTBE est dosée sur la première plage, aucun MTBE n'est retrouvé sur la 2ème plage.

## Conservation après prélèvement

### q1

Niveau de charge 1 (q1) \_\_\_\_\_ 55,2 µg  
 Conc air \_\_\_\_\_ 36,8 mg/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 1,5 L prélevés

### q2

Niveau de charge 2 (q2) \_\_\_\_\_ 1092 µg  
 Conc air \_\_\_\_\_ 728 mg/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 1,5 L prélevés

## Temps de conservation

1. Temps 1 7 jours à 20 °C
2. Temps 2 7 jours à 20 °C puis 14 jours à 4 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	98	97
Kc2(%)	100	100
Kc3(%)	102	100
Kc Moyen(%)	100	99
Coefficient de variation (%)	1,9	1,8

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	100	99
Kc2(%)	98	93
Kc3(%)	100	99
Kc Moyen(%)	99	97
Coefficient de variation (%)	0,6	3,2

## Informations complémentaires

Ci-dessous un exemple de chromatogramme du MTBE.

