

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_11	Sulfure de carbone M-11

Données de validation principales

Généralités

Validations pour VLEP-8h

Validations selon le protocole de mise au point en vigueur depuis 2011.

Substance _____ Disulfure de carbone

Existe-t-il une VLEP ? _____ oui

VLEP 8h _____ 15 mg/m³

VLEP-CT _____ 75 mg/m³

Choix du domaine de validation :

Date des essais : novembre 2011 à septembre 2012

Les valeurs limites d'exposition prises comme références pour les essais sont celles proposées pour le sulfure de carbone jusqu'au 9 mai 2012.

Les essais réalisés en septembre 2012 ont permis de tenir compte de la VLEP 8h française réglementaire contraignante de 15 mg/m³, fixée par décret n° 2012-746 du 9 mai 2012.

Dispositif de prélèvement :

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT

Température d'utilisation _____ 200 °C

Division :

1/10

1 colonne :

Colonne _____ ■ POLAIRE

Nature phase _____ ■ Poly Ethylène Glycol

Granulométrie _____ 0,5 µm

Longueur _____ 60 m

Diamètre _____ 0,32 mm

Température d'utilisation _____ 100 °C

Commentaires _____ isotherme pendant 7 minutes

1 détecteur :

PHOTOMETRIE DE FLAMME (FPD)

Température _____ 230 °C

Commentaires _____ base à 230 °C, température 150 °C

Validation Méthode Analytique

Limite de détection (LD) :

La limite de détection instrumentale est 1,1 ng de substance injectée soit 0,11 mg/m³ pour 48 L prélevés soit 5,5 µg de CS₂ sur le dispositif pour 5 mL de solvant de désorption.

Limite de détection (LD) _____ 5,5

Réponse analytique - linéarité :

La réponse du détecteur (proportionnelle au carré de la concentration en CS₂ dans les solutions analysées) a été étudiée jusqu'à 340 µg/mL, soit 3400 µg de CS₂ sur le dispositif de prélèvement (ou 140 mg/m³ pour un prélèvement de 24 L d'air).

Taux de récupération

L'essai est réalisé à partir de quantité de CS₂ déposé sur les dispositifs. La désorption s'effectue dans 10 mL de dichlorométhane.

Quantité collectée (µg)	36	360	720	1440
Conc air correspondante (mg/m ³)	1,5	15	30	30
Volume d'air prélevé correspondant (L)	24	24	24	48
KT1(%)	90,3	92	95,1	96,1
KT2(%)	88,2	91,5	94,2	97,7
KT3(%)	90,3	92,4	94,8	92,9
KT4(%)	87,7	91,1	94,7	
KT5(%)	88,3	91,9	94,2	
KT6(%)	88	92	95,2	
KT Moyen(%)	88,8	91,8	94,8	95,6
Ecart type	1,18	0,45	0,43	2,44

Efficacité de piégeage

L'efficacité de rétention du dispositif a été vérifiée et confirmée pour le CS₂, à l'aide de 3 dispositifs dopés d'une quantité équivalente à un prélèvement de 8 heures à 2 VLEP(8h), désorbés et dosés après passage d'air pendant 8 heures, au débit de 100 mL/min.

La quantité de substance récupérée dans la section secondaire du dispositif de prélèvement est inférieure à 5 % de la quantité totale récupérée.

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

On applique deux charges de CS₂ sur des dispositifs et ils sont conservés à 4°C 8 jours, 15 jours et 28 jours.

Au-delà de 15 jours de conservation, la quantité de substance récupérée dans la section secondaire du dispositif de prélèvement est supérieure à 5 % de la quantité totale récupérée et le prélèvement ne peut plus être considéré comme représentatif de l'exposition.

les données obtenues à 28 jours sont indiquées dans le volet "données des validations écartées"

q1

Niveau de charge 1 (q1) _____ 22,5 µg
 Conc air _____ 0,92 mg/m³
 pour _____ 24 L prélevés

q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 1440 µg
 Conc air _____ 30 mg/m³
 pour _____ 48 L prélevés

Temps de conservation

Temps 1 _____ 8 jour(s) à 4 °C

Temps 2 _____ 15 jour(s) à 4 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	104,5	99,2
Kc2(%)	102,8	98,5
Kc3(%)	98,3	98,5
Kc Moyen(%)	101,9	97,8
Ecart type	3,2	0,36

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	91,4	97,5
Kc2(%)	88,8	99,4
Kc3(%)	88,3	102,6
Kc Moyen(%)	89,5	99,8
Ecart type	1,66	2,58

Données de validation - données 2

Validations pour VLEP CT

la VLEP CT étant de 75 mg/m³

les limites de quantification et de détection restent les mêmes en quantités sur le dispositif mais correspondent à 1,8 mg/m³ et 7,5 mg/m³ pour un prélèvement de 3 L

Taux de récupération			
	22,5	225	450
Conc air correspondante (mg/m ³)	7,5	75	150
Volume d'air prélevé correspondant (L)	3	3	3
KT1(%)	89,8	92	92,3
KT2(%)	90,6	90,5	92,8
KT3(%)	87,2	93,4	92,4
KT4(%)	89,2	94,1	92,7
KT5(%)	87,3	94,3	90,7
KT6(%)	86,6	92,5	92,5
KT Moyen(%)	88,5	92,8	92,2
Ecart type	1,63	1,44	0,77

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

On dope les dispositifs avec deux charges différentes et ils sont conservés 8 jours à 4°C et 15 jours à 4°C. Le premier tableau correspond au temps de conservation de 8 jours pour les deux charges, le second tableau au temps de conservation de 15 jours.

Q1

Niveau de charge 1 (q1) _____ 22,5 µg
 Conc air _____ 7,5 mg/m³
 pour _____ 3 L prélevés

Q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 1440 µg
 Conc air _____ 480 mg/m³
 pour _____ 3 L prélevés

Temps de conservation

1. Temps 1 _____ 8 jour(s) à 4 °C

2. Temps 2 _____ 15 jour(s) à 4 °C

	q1	q2
Kc1(%)	104,5	99,2
Kc2(%)	102,8	98,5
Kc3(%)	98,3	98,5
Kc Moyen(%)	101,9	97,8
Ecart type	3,2	0,36

	q1	q2
Kc1(%)	91,4	97,5
Kc2(%)	88,8	99,4
Kc3(%)	88,3	102,6
Kc Moyen(%)	89,5	99,8
Ecart type	1,66	2,58

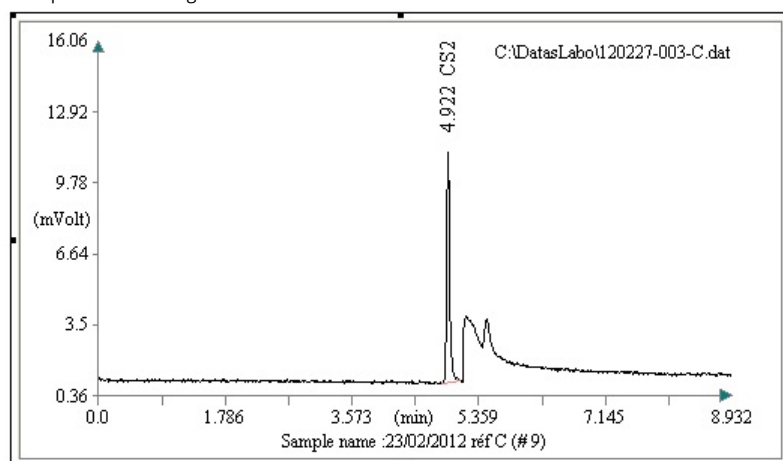
Informations complémentaires

Etalonnage

Pour la détection par photométrie de flamme :

Etalon	Solution S1	Solution S2	Dichlorométhane	Concentration de l'étalon (e) obtenu ($\mu\text{g/g}$ en CS ₂)
Volumes exactement pesés				
e1	-	20 μL	10 mL	2,8
e2	-	25 μL	5 mL	7
e3	-	50 μL	5 mL	14
e4	-	100 μL	5 mL	28
e5	25 μL	-	5 mL	66
e6	50 μL	-	5 mL	132
e7	75 μL	-	5 mL	200
e8	100 μL	-	5 mL	265

exemple de chromatogramme



Solutions écartées

Données de conservation à 28 jours

Quantité de CS₂ sur le dispositif 1440 μg correspondant à 60 mg/m^3

K _c en %	1 ^{ère} plage	2 ^{ème} plage
K _{c1}	89,7	8,5
K _{c2}	89	9,1
K _{c3}	86,4	11,1