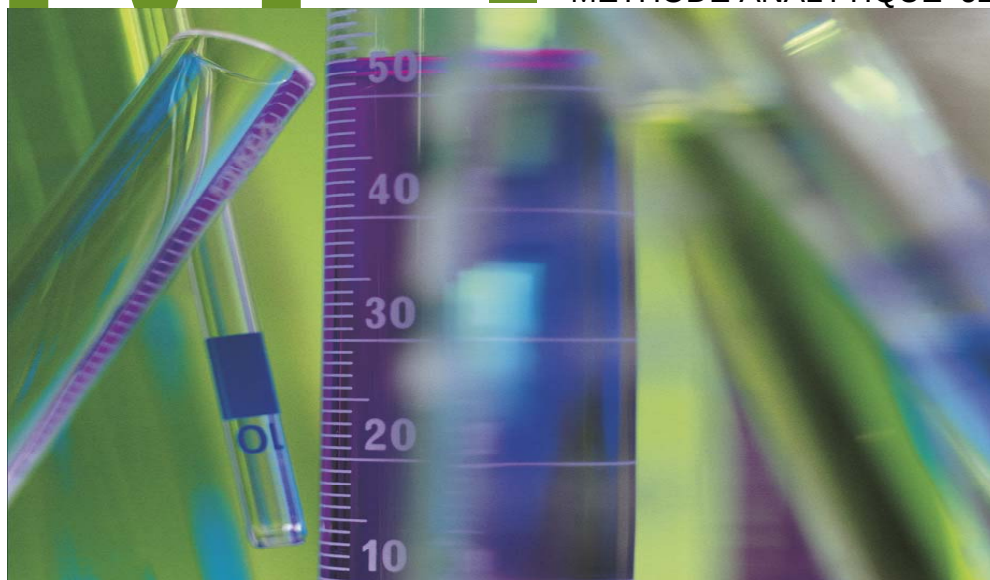


Méthodes de laboratoire

Dosage du méthanol [67-56-1] dans l'air

MÉTHODE ANALYTIQUE 92



Applicabilité

Cette méthode est utilisée pour le dosage du méthanol dans l'air.

Norme(s)¹

VEMP (valeur d'exposition moyenne pondérée) : 262 mg/m³ / 200 ppm.

VECD (Valeur d'exposition de courte durée) : 328 mg/m³ / 250 ppm.

Système d'échantillonnage

Tube de verre, 7 cm x 6 mm D.E., contenant deux sections (150 mg/75 mg).

Volume et débit d'échantillonnage recommandés

VEMP¹ : 3 L à 0,1 L/min.

VECD¹ : 1,5 L à 0,1 L/min.

Analyse

Chromatographe en phase gazeuse couplé à un détecteur à ionisation de flamme (GC-FID).

Valeur minimale rapportée (VMR)

60 µg par échantillon ou 20 mg/m³ pour le volume d'échantillonnage recommandé.

Domaine d'application

0,060 à 1,6 mg ou 20 à 530 mg/m³ pour le volume d'échantillonnage recommandé.

Fidélité

0,46 % réplicabilité; 1,6 % répétabilité.

Incertitude analytique (CV_A)

0,88 %.



Solidement implanté au Québec depuis 1980, l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail (IRSST) est un organisme de recherche scientifique reconnu internationalement pour la qualité de ses travaux.

NOS RECHERCHES

Mission *travaillent pour vous !*

Contribuer, par la recherche, à la prévention des accidents du travail et des maladies professionnelles ainsi qu'à la réadaptation des travailleurs qui en sont victimes.

Offrir les services de laboratoires et l'expertise nécessaires à l'action du réseau public de prévention en santé et en sécurité du travail.

Assurer la diffusion des connaissances, jouer un rôle de référence scientifique et d'expert.

Doté d'un conseil d'administration paritaire où siègent en nombre égal des représentants des employeurs et des travailleurs, l'IRSST est financé par la Commission de la santé et de la sécurité du travail.

Pour en savoir plus

Visitez notre site Web ! Vous y trouverez une information complète et à jour.
De plus, toutes les publications éditées par l'IRSST peuvent être téléchargées gratuitement.
www.irsst.qc.ca

Pour connaître l'actualité de la recherche menée ou financée par l'IRSST, abonnez-vous gratuitement au magazine Prévention au travail, publié conjointement par l'Institut et la CSST.
Abonnement : 1-877-221-7046

Dépôt légal

Bibliothèque et Archives nationales
2007
ISBN : 978-2-89631-195-8 (PDF)
ISSN : 0820-8395

IRSST - Direction des communications
505, boul. De Maisonneuve Ouest
Montréal (Québec)
H3A 3C2
Téléphone : 514 288-1551
Télécopieur : 514 288-7636
sac.labo@irsst.qc.ca
www.irsst.qc.ca
© Institut de recherche Robert-Sauvé
en santé et en sécurité du travail,
2007

Méthodes de laboratoire

Dosage du méthanol [67-56-1] dans l'air

MÉTHODE ANALYTIQUE 92

Avis de non-responsabilité

L'IRSST ne donne aucune garantie relative à l'exactitude, la fiabilité ou le caractère exhaustif de l'information contenue dans ce document.

En aucun cas l'IRSST ne saurait être tenu responsable pour tout dommage corporel, moral ou matériel résultant de l'utilisation de cette information.

Notez que les contenus des documents sont protégés par les législations canadiennes applicables en matière de propriété intellectuelle.

Les méthodes d'analyses ou d'étalonnage sont celles mises au point ou retenues par l'IRSST pour l'exécution de ses différents mandats. Elles peuvent requérir l'utilisation de matériels, d'opérations ou d'équipements dangereux. Ces méthodes n'ont pas pour but de mentionner tous les problèmes de sécurité associés avec leur utilisation. C'est la responsabilité de l'utilisateur d'établir les pratiques de santé et de sécurité appropriées. L'utilisation des données incluses dans ces méthodes se fera aux seuls risques de l'utilisateur : l'IRSST se dégage de toute responsabilité relative aux erreurs ou aux dommages qui découleraient de telle utilisation et de telle application. Les hyperliens qui apparaissent dans ce document ont été validés au moment de la publication

Responsable technique de la méthode

*Simon Aubin, M.Sc., chimiste,
Services et expertises de laboratoire, IRSST*

Approbation

*Simon Aubin, M.Sc., chimiste,
Marie-Claude Barrette, M.Sc., chimiste,
responsable du programme d'assurance qualité
et Jacques Lesage, M.Sc., chimiste, directeur,
Services et expertises de laboratoire, IRSST*

Autorisation pour publication

*Alain Lajoie, M.Sc., directeur
Direction de la recherche et de l'expertise, IRSST*



Cette publication est disponible
en version PDF
sur le site Web de l'IRSST.
www.irsst.qc.ca

Ce document technique a été financé par l'IRSST. Les conclusions et recommandations sont celles des auteurs.

CONFORMÉMENT AUX POLITIQUES DE L'IRSS

Les résultats des travaux de recherche publiés dans ce document
ont fait l'objet d'une évaluation par des pairs.

TABLE DES MATIÈRES

Préambule	1
1. Domaine d'application.....	2
2. Principe de la méthode.....	2
3. Interférences	2
4. Matériel	2
5. Réactifs	3
6. Échantillonnage	3
7. Protocole analytique.....	4
7.1 Préparation des solutions	4
7.2 Étalonnage	5
7.3 Préparation des échantillons	5
7.4 Analyse	6
8. Calculs	7
9. Paramètres d'application	8
9.1 Limite de détection, limite de quantification et valeur minimale rapportée (VMR)	8
9.2 Récupération	8
9.3 Fidélité	9
9.4 Exactitude	9
9.5 Incertitude de mesure	9
10. Références.....	9

Préambule

La [Loi sur la santé et la sécurité du travail](#) au Québec a comme objet l'élimination à la source des dangers pour la santé, la sécurité et l'intégrité physique des travailleurs. Des valeurs d'exposition admissibles (VEA) aux substances chimiques ont été fixées à l'annexe 1 du [Règlement sur la santé et la sécurité de travail](#) (RSST). L'article 44 de ce règlement intitulé « Méthodes » spécifie que :

« ... Ces gaz, ces fumées, ces vapeurs, ces poussières et ces brouillards présents dans le milieu de travail doivent être prélevés et analysés de manière à obtenir une précision équivalente à celle obtenue en appliquant les méthodes décrites dans le Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail publié par l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail ... »

Pour atteindre ces objectifs, des méthodes d'analyse visant à quantifier le degré d'exposition des travailleurs sont développées et rédigées pour implanter les moyens de contrôle adéquats. Afin d'assister les intervenants en milieu de travail, l'IRSST publie, révisé périodiquement et diffuse le [Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail](#) et la direction Services et expertises de laboratoire publie des méthodes d'analyses des contaminants.

Ces méthodes doivent être utilisées de concert avec les références réglementaires et normatives suivantes :

- ✓ *Loi sur la santé et la sécurité du travail*. L.R.Q., chapitre S-2.1. Éditeur officiel du Québec, (1^{er} août 2007).
http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=2&file=/S_2_1/S2_1.html
- ✓ *Règlement sur la santé et la sécurité du travail*. S-2.1, r.19.01, Décret 885-2001. Éditeur officiel du Québec (25 juillet 2007).
http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=2&file=%2F%2FS_2_1%2FS2_1R19_01.htm
- ✓ *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail*. Direction des opérations, IRSST, T-06 Guide technique, Montréal, Québec, (mars 2005). <http://www.irsst.qc.ca/files/documents/PubIRSST/T-06.pdf>
- ✓ NIOSH, National Institute for Occupational Safety and Health .
- ✓ ISO Guide 30, Termes et définitions utilisés en rapport avec les matériaux de référence, 2^e édition, 1992.
- ✓ ISO, Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie, 2^e édition, 1993.
- ✓ American Industrial Hygiene Association (AIHA), organisme qui accrédite le laboratoire de l'IRSST dans le domaine de l'analyse des contaminants chimiques en milieu de travail et pour l'analyse environnementale microbiologique.

Par ailleurs, toute la terminologie utilisée dans cette méthode est décrite dans l'instruction de travail « I-G-014 » du système de gestion documentaire associée au système qualité de l'IRSST.

1. DOMAINE D'APPLICATION

La linéarité de la méthode d'analyse a été vérifiée initialement pour des quantités de 0,060 à 1,6 mg total de méthanol, ce qui correspond à des concentrations de 20 à 530 mg/m³ pour le volume d'échantillonnage recommandé de 3 L. Le coefficient de détermination (r^2) alors obtenu était de 0,9997 pour un total de 36 échantillons distribués sur 6 concentrations sur le domaine étudié, qui incluent nécessairement une concentration équivalente à la VEMP.

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Selon la procédure décrite dans le Guide d'échantillonnage¹, un volume connu d'air est aspiré à travers un tube contenant du gel de silice (SiO₂) pour adsorber le méthanol. Le gel de silice est ensuite transféré dans une fiole et un volume donné d'eau déminéralisée y est ajouté pour désorber le méthanol retenu sur l'adsorbant. La solution résultante est analysée par chromatographie en phase gazeuse avec détection par ionisation de flamme. La concentration de méthanol dans l'air est calculée en tenant compte d'une courbe d'étalonnage, de la surface du pic et du volume d'air échantillonné.

3. INTERFÉRENCES

Un tube de gel de silice témoin sert à vérifier les possibilités de contamination durant l'ensemble du processus d'échantillonnage et analytique. De cette façon, une contamination se produisant pendant l'ouverture du tube, son transport ou l'analyse elle-même, sera décelée. Un blanc de laboratoire est également effectué et consiste en un tube de gel de silice qui subit les étapes analytiques seulement. Il est utilisé pour vérifier et isoler la possibilité de contamination durant la préparation des échantillons au laboratoire.

Pour causer une interférence analytique, une substance doit être captée par le gel de silice, être désorbée par l'eau déminéralisée et avoir un même temps de rétention dans les conditions de chromatographie utilisées qu'une autre substance d'intérêt. Si cette situation se présente, les conditions chromatographiques peuvent être modifiées de façon à obtenir une meilleure séparation des pics sur le chromatogramme. Il peut s'avérer qu'une interférence chromatographique soit impossible à résoudre, causant une sous-estimation ou une surestimation du résultat, selon le cas, et une note au rapport sera émise à cet effet si une possibilité d'interférence a été décelée. Il est important que les responsables de l'échantillonnage signalent au laboratoire tout élément pertinent sur le milieu échantillonné afin de cibler les interférences le plus efficacement possible avant le traitement de l'échantillon.

4. MATÉRIEL

- ✓ Tube de gel de silice, 7 cm x 6 mm D.E., deux sections (150 mg/75 mg)
- ✓ Fioles de 2 mL avec septum à revêtement de téflon

- ✓ Microseringues 10 à 5000 μL
- ✓ Ensemble de verrerie de laboratoire (ballons volumétriques avec bouchon étanche et septum, béchers, etc.)
- ✓ Pipette automatique ajustée à 1,00 mL
- ✓ Plaque d'agitation pour l'étape de désorption
- ✓ Chromatographe en phase gazeuse muni d'un injecteur automatique, d'un port d'injection pour colonne packée et d'un détecteur à ionisation de flamme
- ✓ Colonne chromatographique verre (packée), SP-1000 0,1 % sur carbopack C, 80-100 mesh (il est important de noter que selon l'instrumentation disponible et la matrice de l'échantillon, une colonne chromatographique différente peut être utilisée, pourvu que la séparation entre le méthanol et les autres constituants potentiellement présents dans le mélange soit adéquate)
- ✓ Intégrateur électronique ou toute autre méthode efficace pour mesurer la surface des pics

5. RÉACTIFS

Les composés chimiques utilisés doivent être de grade ACS (American Chemical Society) ou meilleur, à moins de spécifications particulières.

- ✓ Eau déminéralisée de grade HPLC [CAS 7732-18-5]
- ✓ Méthanol [CAS 67-56-1]

6. ÉCHANTILLONNAGE

Le méthanol dans l'air est prélevé à l'aide de tubes de gel de silice² en utilisant une pompe étalonnée à un débit donné avant et après l'échantillonnage. Le débit de la pompe doit être vérifié après l'échantillonnage afin de garantir l'intégrité du volume d'air échantillonné. Pour chaque série d'échantillons, un tube témoin doit être prévu. Il subit les mêmes manipulations que les autres échantillons, excepté l'étape d'échantillonnage.

Les paramètres d'échantillonnage recommandés pour le méthanol sont décrits dans le Tableau 1 (tels que retrouvés dans le Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail¹).

TABLEAU 1
PARAMÈTRES D'ÉCHANTILLONNAGES RECOMMANDÉS POUR LE MÉTHANOL

Débit	Maximum: 0,1 L/min
Volume VEMP	3 L
Volume VECD	1,5 L

Ces paramètres tiennent compte des normes d'exposition, de la sensibilité de la méthode analytique et de la capacité du système d'échantillonnage. Pour s'adapter aux contraintes du milieu, un volume d'échantillonnage différent pourrait être utilisé, mais doit tenir compte du domaine d'application et des paramètres déjà mentionnés. Pour plus de détails sur la préparation du matériel d'échantillonnage, l'étalonnage et la stratégie utilisée, se référer au Guide d'échantillonnage de l'IRSST¹.

7. PROTOCOLE ANALYTIQUE

7.1 Préparation des solutions

La réponse du détecteur pouvant varier sensiblement d'une journée à l'autre, il est nécessaire d'effectuer à chaque série d'analyse un étalonnage de l'instrument. Avec le matériel de laboratoire adéquat, préparer 3 solutions étalons en diluant du méthanol dans de l'eau déminéralisée de façon à couvrir le domaine d'application jusqu'à 100% de la norme, ce qui équivaut à l'intervalle de 0,060-0,790 mg total de méthanol.

Transférer 150 mg de gel de silice de tubes neufs dans une série de fioles de 2 mL. Le point 7.3 décrit la procédure à suivre pour le traitement des tubes.

Transférer 1,00 mL avec une pipette volumétrique de chaque solution étalon, et autant de fois que nécessaire, dans les fioles de 2 mL contenant le gel de silice. Le blanc de laboratoire est préparé de la même manière à la seule différence que le solvant de désorption, l'eau déminéralisée, remplace la solution étalon.

Une fois transférées dans les fioles de 2 mL, les solutions étalons subissent le même traitement que les échantillons jusqu'à l'analyse, c'est-à-dire qu'elles sont placées sur un agitateur mécanique pendant 30 minutes pour ensuite être analysées par le chromatographe en phase gazeuse.

7.2 Étalonnage

Les solutions étalons sont analysées en début de séquence afin de construire une courbe d'étalonnage avec la concentration d'analyte en ordonnée et signal (surface du pic) en abscisse. La courbe d'étalonnage est calculée par le logiciel d'acquisition du chromatographe, par régression linéaire et est exprimée sous la forme de l'équation suivante :

$$S = m[\text{méthanol}]_{\text{étalon}} + b \quad [1]$$

où

$S =$	Signal (surface du pic chromatographique)
$[\text{méthanol}]_{\text{étalon}} =$	concentration de méthanol dans la solution étalon, exprimée en mg/mL
$m =$	pente de la courbe d'étalonnage
$b =$	ordonnée à l'origine

La courbe d'étalonnage est considérée comme valide lorsque le coefficient de détermination (r^2) est $\geq 0,990$.

7.3 Préparation des échantillons

Faire une saillie avec une lime sur le tube (échantillon) à 1 cm en avant de la première section de gel de silice. Porter des verres de sécurité.

Casser le tube. Retirer la laine de verre.

Transférer la section 1 de gel de silice dans une fiole de 2 mL. Jeter la laine de verre qui sépare la section 1 de la section 2 et transférer cette dernière dans une autre fiole de 2 mL.

Les tubes témoins sont préparés de la même façon que les échantillons à la différence que les deux sections de gel de silice sont transférées dans la même fiole.

Ajouter 1,00 mL d'eau déminéralisée à l'aide d'une pipette volumétrique. Boucher les fioles et les déposer pendant 30 minutes sur la plaque d'agitation pour l'étape de désorption. Les témoins et les autres contrôles suivent exactement la même procédure que les échantillons.

7.4 Analyse

7.4.1 Conditions analytiques utilisées pour l'implantation de cette méthode

L'exposition aux contaminants organiques en milieu de travail est presque toujours multiple. Les conditions chromatographiques doivent en conséquence être ajustées selon la nature et la complexité de l'échantillon. Les conditions suggérées pour l'analyse du méthanol sont :

Type de colonne	Verre (pactée), SP-1000 0,1 % sur carbopack C, 80-100 mesh, 2,4 m
Type d'injecteur	Pour colonne pactée
Température de l'injecteur	210°C
Température du détecteur	230°C
Programme four	50°C (2 min.), 30°C/min., 200°C/min. (1 min.)
Volume d'injection	1 µL

7.4.2 Séquence d'analyses

Les solutions étalons, blancs de laboratoire, solutions de contrôle qualité, échantillons témoins ainsi que les échantillons (sections 1 et 2) sont analysés par chromatographie en phase gazeuse.

De plus, la solution étalon de concentration équivalent à la mi-courbe est ré-analysée à une fréquence régulière en cours d'analyse ainsi qu'à la fin de la séquence pour s'assurer du maintien de l'étalonnage.

8. CALCULS

La concentration du méthanol dans l'air de chaque section du tube est calculée automatiquement par le logiciel d'acquisition de la manière suivante :

$$m_{\text{méthanol sect.1}} = ([\text{méthanol}]_{\text{extrait1}} \times V_{\text{extrait1}}) \quad [2]$$

$$m_{\text{méthanol sect.2}} = ([\text{méthanol}]_{\text{extrait2}} \times V_{\text{extrait2}}) \quad [3]$$

où

$$\begin{aligned} m_{\text{méthanol sect. 1 ou 2}} &= \text{masse de méthanol recueillie sur la section 1 ou 2 du tube en mg} \\ [\text{méthanol}]_{\text{extrait 1 ou 2}} &= \text{concentration de méthanol dans l'extrait de la section 1 ou 2, obtenu à partir de l'équation [1] exprimé en mg/mL} \\ V_{\text{extrait 1 ou 2}} &= \text{Volume de l'extrait en mL} \end{aligned}$$

La concentration finale de méthanol dans l'air rapportée sur le rapport d'analyse est calculée de la façon suivante :

$$[\text{méthanol}]_{\text{air}} = (m_{\text{méthanol sect.1}} + m_{\text{méthanol sect.2}}) \div V_{\text{air prélevé}} \quad [4]$$

où

$$\begin{aligned} [\text{méthanol}]_{\text{air}} &= \text{concentration totale de méthanol dans l'air en mg/m}^3 \\ V_{\text{air prélevé}} &= \text{Volume d'air prélevé en m}^3 \end{aligned}$$

Pour tous les résultats d'analyse des échantillons, le rapport d'analyses contient également la quantité relative, exprimé en pourcentage, de méthanol contenu dans la section 2. Le pourcentage se calcule de la manière suivante :

$$\% \text{ méthanol section 2} = (m_{\text{méthanol sect.2}} / (m_{\text{méthanol sect.1}} + m_{\text{méthanol sect.2}})) \times 100 \quad [5]$$

L'interprétation du pourcentage de l'analyte présent dans la section 2 du tube est décrite dans le *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail*¹.

La concentration de l'analyte dans l'extrait doit être comprise dans l'intervalle de concentration donné par le domaine d'application (point 1). S'il s'avère qu'un échantillon est plus concentré que ce domaine, il faudrait le diluer dans le solvant de désorption, eau déminéralisée, et procéder de nouveau à l'analyse en tenant compte de la dilution lors des calculs. Si la dilution est impossible, comme c'est le cas lorsque trop de temps s'écoule entre la première analyse et sa reprise, une note sera mise au rapport d'analyse pour sous-estimation possible du résultat parce qu'il est en dehors du domaine d'étalonnage de la courbe.

Les résultats des échantillons ne sont pas corrigés en fonction des témoins (soustraction). Le résultat de ces derniers sont rapportés en masse totale (μg) et l'interprétation de l'ensemble des résultats n'est pas effectuée sur le rapport d'analyses.

Le contrôle de qualité effectué dans chaque séquence d'analyses doit répondre aux critères établis pour chaque type de contrôle et tout dépassement ou déviation doit être documenté. Des actions adéquates prévues par le système qualité devront être entreprises.

9. PARAMÈTRES D'APPLICATION

9.1 Limite de détection, limite de quantification et valeur minimale rapportée (VMR)

Les limites de détection et de quantification de la méthode analytique ont été évaluées initialement à 3 μg et 10 μg respectivement. La valeur minimale rapportée (VMR) consiste en la quantité minimale de contaminant qui est quantifiée au laboratoire de l'IRSST. Elle tient compte d'un ou de plusieurs des aspects suivants : la linéarité de la méthode dans les conditions expérimentales utilisées, l'efficacité de la récupération et la pertinence du dosage à des bas niveaux de concentration. La VMR du méthanol est de 60 μg .

9.2 Récupération

Le pourcentage moyen de récupération évalué initialement pour le méthanol est de 93 % $\pm$ 1. Ce pourcentage a été calculé à l'aide de 30 échantillons distribués sur 5 niveaux de concentrations. Pour cette évaluation, les échantillons consistaient en des solutions de méthanol mises en équilibre de phase sur gel de silice et soumises à l'ensemble de la procédure analytique. Aucune correction n'est appliquée pour l'efficacité de désorption. La procédure d'étalonnage (section 7.1) tient compte de ce facteur puisque la solution d'étalonnage est mise en présence du milieu adsorbant, recréant ainsi l'étape de désorption.

9.3 Fidélité

La réplicabilité de la méthode analytique est de 0,46 % et la répétabilité est de 1,6 %. Ces valeurs ont été déterminées en laboratoire à partir de solutions (4 niveaux de concentration, 6 réplicas par niveau) de méthanol mises en équilibre de phase sur gel de silice et soumises à l'ensemble de la procédure analytique.

9.4 Exactitude

L'exactitude de la méthode analytique est vérifiée à chaque série d'analyses à l'aide d'une solution de contrôle contenant la substance analysée, préparée au laboratoire. Cette solution est préparée à partir du méthanol d'un lot différent que celui utilisé pour l'étalonnage. Lorsqu'un lot différent n'est pas disponible, un technicien différent prépare la solution de contrôle. La concentration de cette solution est équivalente à une fois la norme (100 %). Les résultats obtenus sont compilés dans le cadre du suivi d'un contrôle-qualité intra-laboratoire.

L'exactitude de la méthode d'analyse est de 97 %. Cette valeur provient de la compilation de l'écart relatif moyen ($n = 140$ sur une période de 6 ans) entre la valeur obtenue et la valeur cible de la solution de contrôle-qualité interne décrite dans le paragraphe précédent.

Le laboratoire participe également à une étude inter-laboratoire reconnue par l'organisme d'accréditation qui lui permet de confirmer la validité de cette méthode analytique.

9.5 Incertitude de mesure

L'incertitude de mesure analytique, équivalant au coefficient de variation *analytique* CV_A de la méthode, a initialement été évaluée à 0,88 %. Elle a été déterminée sur 30 échantillons, répartis en 5 niveaux de concentration sur le domaine d'application, à partir de solutions de méthanol en équilibre de phase soumises à l'ensemble de la procédure analytique. Assumant un coefficient de variation pour l'échantillonnage CV_E égale à 5 %, et pour un seuil de probabilité unilatérale choisi de 95 %, l'incertitude de mesure *étendue* pour l'ensemble du dosage et de l'échantillonnage est de 9,95 %.

10. RÉFÉRENCES

- 1 *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail*. Direction des opérations, IRSST, T-06 Guide technique, Montréal, Québec, (Février 2005).
<http://www.irsst.qc.ca/files/documents/PubIRSST/T-06.pdf>
- 2 National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH), *NIOSH Manual of Analytical Methods, Methanol Method 2000*, Cincinnati, OH, USA, 1998.