

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ Ethyl-ter-butyl-ether

Choix du domaine de validation :

La valeur limite d'exposition prise comme référence est celle proposée pour MTBE par l'OSHA (Occupational Safety & Health Administration/ U.S. Department of Labor) à la date des essais : 40 ppm (144 mg/m³).

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 0,1 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation _____ 250 °C

1 colonne :

Colonne _____ ■ APOLAIRE

Nature phase _____ ■ 100% Diméthyl polysiloxane

Longueur _____ 60 m

Diamètre _____ 0,25 mm

Epaisseur de film _____ 1 µm

Température d'utilisation _____ 37 °C

Programme de température _____ oui

Commentaires _____

Rampe	Température	Durée
Tinitial	37°C	16 min
30°C/min	250 °C	60 min

1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

Température _____ 250 °C

Validation Méthode Analytique

Description de la méthode :

cas du ETBE (étalonnage interne avec MTBE)

Limite détection (LD) :

Limite de détection : 4 ng d'ETBE injectés,

Limite de quantification (LQa) :

La linéarité du détecteur a été vérifiée jusqu'à 2880 µg de substance sur le dispositif de prélèvement (ou 288 mg/m³ pour un prélèvement de 10 L d'air) pour l'ETBE

Réponse analytique - linéarité :

Taux de récupération

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

Application en présence d'essence : K_T moyen = 94,4 % (pour C = 144 mg/m³).

	essai 1	essai 2	essai 3
Conc air correspondante (mg/m ³)	14,4	144	288
Volume d'air prélevé correspondant (L)	10	10	10
	144	1440	2880
KT1(%)	94,5	96,5	96,3
KT2(%)	94,6	94,3	91,3
KT3(%)	93,9	94,7	93,5
KT Moyen(%)	94,4		
Ecart type	1,5		

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Dispositifs de prélèvement conservés 8 jours à température ambiante

Quantité de l'ETBE sur le dispositif de prélèvement (pour 10 L d'air prélevés)	2 880 µg (288 mg/m ³)	1 440 µg (144 mg/m ³)	144 µg (14,4 mg/m ³)
K _{C1} (%)	93,8	93,5	94,1
K _{C2} (%)	94,6	92,5	92,8
K _{C3} (%)	88,9	93,7	94,3

Valeur moyenne de K_C : 93,1 %, écart-type : 1,7.

Informations complémentaires

Date des essais : Septembre à novembre 2009

Le débit de prélèvement a été déterminé selon la norme EN 838, à partir d'un plan d'expériences regroupant 16 essais (6 badges G.A.B.I.E exposés par essai) [1]. Six paramètres ont été étudiés : la rétro diffusion *RDif*, la concentration *C*, la durée d'exposition *t*, la température *T*, l'humidité *HR* et la co-pollution *CP*.

Rétro diffusion : 50 / 50

Concentration :

1 ppm < C_{ETBE} < 20 ppm

Durée d'exposition : 120 min < t < 480 min

Température (t) : 15 °C < T < 25 °C

Humidité relative (H.R.) : 30 % < H.R. < 70 %

Co-pollution : coupe alcane

Détermination du débit de prélèvement pour l'ETBE à l'aide d'un plan d'expériences factoriel fractionnaire.

Expériences	Rétro diffusion : 50 / 50	Concentration :	Durée d'exposition	Température	Humidité relative (ABC)	Co-pollution (ABCD)	AB	AC	AD	BC	BD	CD
1	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+
2	+	-	-	-	+	-	-	-	-	+	+	+
3	-	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-	+
4	+	+	-	-	-	+	+	-	-	-	-	+
5	-	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-
6	+	-	+	-	-	+	-	+	-	-	+	-
7	-	+	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-
8	+	+	+	-	+	-	+	+	-	+	-	-
9	-	-	-	+	-	-	+	+	-	+	-	-
10	+	-	-	+	+	+	-	-	+	+	-	-
11	-	+	-	+	+	+	-	+	-	-	+	-
12	+	+	-	+	-	-	+	-	+	-	+	-
13	-	-	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+
14	+	-	+	+	-	-	-	+	+	-	-	+
15	-	+	+	+	-	-	-	-	-	+	+	+
16	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Débit d'échantillonnage moyen												
Effet/Interactions	0,62	-0,68	-0,49	-0,13	0,75	0,75	-0,26	-0,65	1,15	0,25	-0,95	-1,

Ci-joint le chromatogramme obtenu pour le MTBE en présence de l'essence.

- 053 Dosage ETBE.docx