

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_424	1-3 butadiène M-424

Données de validation principales

Généralités

La mise au point tient compte des recommandations de l'ANSES, qui préconise une valeur limite sur 8h de 0,08 mg/m³ et une valeur limite sur 15 minutes de 0,4 mg/m³.

Ces validations ne prennent pas en compte les VLEP réglementaires décrétées après cette mise au point.

Substance _____ 1-3 Butadiène

Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation est compris entre 0,008 mg/m³ et 0,160 mg/m³. Il correspond à l'étendue du dixième de la valeur limite retenue à 2 fois la valeur limite retenue pour des prélèvements à 0,010 L/min, et à des prélèvements de la valeur court terme retenue à 2 fois cette valeur pour des prélèvements à 0,030 L/min.

Dispositif de prélèvement :

Tube de désorption thermique Carbopack X 60 mesh.

Débits de prélèvement : 0,010 L/min pour les prélèvements longs et 0,030 L/min pour les prélèvements de 15 minutes.

Conditions analytiques

1 injecteur :

DESORBEUR THERMIQUE

Commentaires :

	°C	Temps	min	Options		Pneumatiques	
Tube	330	Désorption du tube	10	Inlet Split	ON	1- Inlet Split (mL/min)	0
Ligne de transfert	250	Trap Hold	15	Outlet Split	ON	2- Outlet Split (mL/min)	15
Vanne	230	Std Inj.	/	Standard Interne	Off	3- Désorption (mL/min)	10
Trap refroidissement	5	Cycle	15	Nombre d'injection	1	4- Débit d'entrée (psi)	30
Trap désorption	330	Purge	1	Heated Purge	Off	5- Débit Colonne (mL/min)	1
Trap Rate (°C/sec)	40			Piège froid: Adsorbant	Air monitoring	Division	6

1 colonne :

Colonne _____ ■ SPECIFIQUE

Nature phase _____ ■ Alumine MAPD

Longueur _____ 50m

Diamètre _____ 0,32mm

Epaisseur de film _____ 5µm

Température d'utilisation _____ 100 °C

1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

Température _____ 250 °C

Validation Méthode Analytique**Répétabilité :**

Le coefficient de variation a été calculé sur 10 injections

Répétabilité _____ 4,4%

Limite de détection (LD) :

La limite de détection est estimée à partir de l'analyse de 10 tubes dopés à 0,010 µg de butadiène.

Limite de détection (LD) _____ 0,003 µg sur le dispositif

Limite de quantification (LQa) :

La limite de quantification est estimée à partir de 10 tubes chargés à 0,010 µg de butadiène.

Limite de quantification (LQa) _____ 0,01 µg sur le dispositif

Réponse analytique - linéarité :

La linéarité du détecteur à été vérifiée pour une gamme allant de 0,010 µg à 1 µg de butadiène sur le dispositif.

Taux de récupération

Les taux de récupération on été calculés à partir de prélèvements réalisés à 20°C et une humidité relative de 50 %.

Quantité collectée (µg)	0,024	0,114	0,521	0,912
Volume d'air prélevé correspondant (L)	2,4	2,4	4,8	4,8
Conc air correspondante (mg/m ³)	0,01	0,048	0,109	0,19
KT1(%)	112,2	104,8	108,4	107,1
KT2(%)	97,9	103,8	107,8	106,4
KT3(%)	110,2	109,5	105,8	108,1
KT4(%)	105,7	104,7	107,2	104,9
KT5(%)	111,3	102,5	105,5	103,5
KT6(%)		106,8	105,9	103,6
KT Moyen(%)	107,5	105,4	106,8	105,6
Ecart type	0,059	0,025	0,012	0,019
Coefficient de variation(%)	5,51	2,33	1,12	1,79

Essai de claquage**Essai de claquage :**Les essais ont été réalisés en exposant 6 dispositifs de prélèvement à une concentration de 1-3 butadiène de 0,157 mg/m³ pendant 9 heures à 80 % d'humidité relative.

Chaque dispositif est constitué de deux tubes en série.

Aucun claquage n'a été constaté.

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Les calculs de conservation sont réalisés à partir de prélèvements de 8 heures à 20°C et 50 % d'humidité relative

q1

Niveau de charge 1 (q1) _____ 0,038 µg
 Conc air _____ 0,008 mg/m³
 pour _____ 4,8 L prélevés

q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 0,895 µg
 Conc air _____ 0,186 mg/m³
 pour _____ 4,8 L prélevés

Temps de conservation

Temps 1 _____ 7 jours à 20 °C

Temps 2 _____ 7 jours à 20 °C puis 21 jours à 4 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	91,2	107,4
Kc2(%)	94,5	98,8
Kc3(%)	89,8	106,3
Kc4(%)	97,2	105,7
Kc5(%)	95,6	105,1
Kc6(%)	96,4	103,9
Kc Moyen(%)	94,1	104,5
Ecart type	0,03	0,03
Coefficient de variation (%)	3,15	2,91

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	95,4	98,2
Kc2(%)	92,2	99
Kc3(%)	96,4	94,4
Kc4(%)	87,7	97,7
Kc5(%)	92,2	97,3
Kc Moyen(%)	92,8	97,3
Ecart type	0,034	0,017
Coefficient de variation (%)	3,68	1,79

Informations complémentaires

Description de l'étalonnage

Le dopage à partir de cellules de génération d'atmosphère a été choisi pour la réalisation des essais décrits ci-après :

A partir d'une bouteille étalon de 1-3 butadiène à 50 ppm, des atmosphères étalons à $3,14 \text{ mg/m}^3$ sont réalisées. Les prélèvements sont effectués à l'aide de pompes de prélèvement dont le débit a été réglé à 5 et 40 mL/min.

Des prélèvements de l'atmosphère étalon à $3,14 \text{ mg/m}^3$ sont réalisés sur des tubes contenant du Carbopack X à des durées différentes, comprises entre 1 et 6 minutes, ce qui correspond à des quantités de $0,016 \mu\text{g}$ à $0,800 \mu\text{g}$ sur le tube.

L'analyse de ces tubes permet d'établir une droite d'étalonnage.

