

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_177	1-3 Butadiène M-177

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ 1-3 Butadiène

Choix du domaine de validation :

La valeur de référence retenue pour les essais est équivalente à celle proposée par l'ACGIH à la date des essais pour le 1,3-butadiène : 2 ppm (4,4 mg/m³).
Cette méthode a été validée pour des quantités dosées sur le dispositif de prélèvement comprises entre 6,6 µg et 264 µg de 1,3-butadiène.

Dispositif de prélèvement :

Tube de charbon actif 70 mm x 4 mm contenant deux plages de 100 et 50 mg.

Débit prélèvement _____ 0,1 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation _____ 200 °C

Division :

1/20

Volume injecté _____ 1 µL

1 colonne :

Colonne _____ ■ SPECIFIQUE

Nature phase _____ ■ Divinylbenzène polymère poreux

Longueur _____ 30 m

Diamètre _____ 0,32 mm

Epaisseur de film _____ 10 µm

Température d'utilisation _____ 40 °C

Programme de température _____ oui

Commentaires _____

rampe °C/min	temp °C	temps min
	40	5
3	140	
10	200	

1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

Température _____ 250 °C

Validation Méthode Analytique

Description de la méthode :

La validation de la méthode analytique est réalisée selon le **protocole de mise au point prélèvement et analyse gaz et vapeurs**.¹

¹<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-gaz-actif.pdf>

Répétabilité _____ 1,96%

Limite de détection (LD) _____ 1,2 µg sur le dispositif

Limite de quantification (LQa) _____ 4 µg sur le dispositif

Réponse analytique - linéarité :

- La linéarité du détecteur a été vérifiée jusqu'à 254 µg sur le dispositif de prélèvement.

Taux de récupération

Quantité de substance sur le dispositif de prélèvement correspondant à un prélèvement de 30 L. La moyenne et l'écart type indiqués dans le tableau sont calculés sur l'ensemble des valeurs.

Quantité collectée (μg)	264	132	6,6
Conc air correspondante (mg/m^3)	8,8	4,4	0,22
KT1(%)	99	102,8	98,7
KT2(%)	102,8	101,6	100
KT3(%)	99,9	102,1	100,5
KT4(%)	98,1		
KT5(%)	101,7		
KT6(%)	98,9		
KT Moyen(%)	100,5		
Ecart type	1,66		

Conservation après prélèvement

q1

Niveau de charge 1 (q1) _____ 17 µg
 Conc air _____ 1,4 mg/m³
 pour _____ 18 L prélevés

q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 360 µg
 Conc air _____ 26 mg/m³
 pour _____ 18 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(%)	100	93
Kc2(%)	98	95
Kc3(%)	102	94
Kc Moyen(%)	100	94
Coefficient de variation (%)	2,1	1,2

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	100	104
Kc2(%)	97	117
Kc3(%)	110	97
Kc Moyen(%)	102	106
Coefficient de variation (%)	6,9	9,6

Informations complémentaires

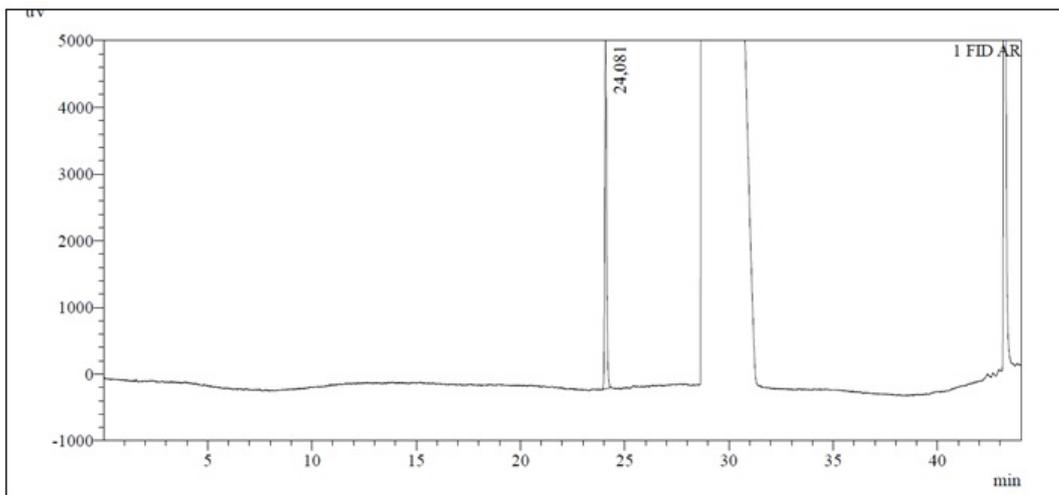
Etalonnage

Pour toutes les méthodes d'étalonnage à partir de solutions commerciales, il n'est pas utile d'ajouter de charbon actif dans les étalons ; en effet, cette opération peut provoquer des pertes de 1-3 butadiène. Si toutefois le laboratoire souhaite ajouter du charbon actif, il faudra toujours procéder dans l'ordre suivant

- 1 | Ajout du charbon actif dans un flacon serti
- 2 | Ajout du CS₂ au travers du septum du bouchon à l'aide d'une seringue
- 3 | Ajout de la solution diluée à la bonne concentration au travers du septum du bouchon à l'aide d'une seringue.

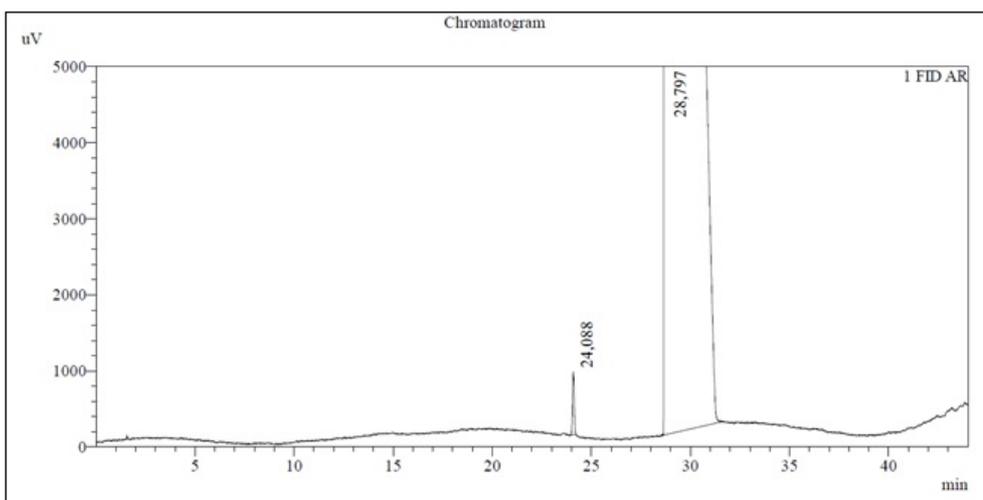
Exemples de chromatogrammes avec les différentes solutions étalon commerciales

Solution commerciale dans l'hexane



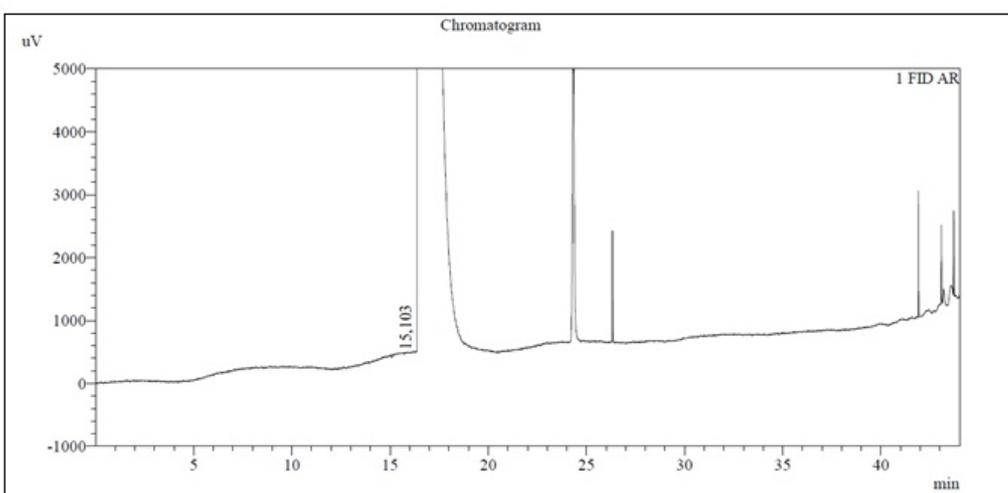
Pic de 1-3 butadiène ($Tr = 24,1$). Echantillon réalisé à partir de la **solution commerciale dans l'hexane** diluée dans le CS_2 ($Tr = 28$)

Solution commerciale dans le toluène



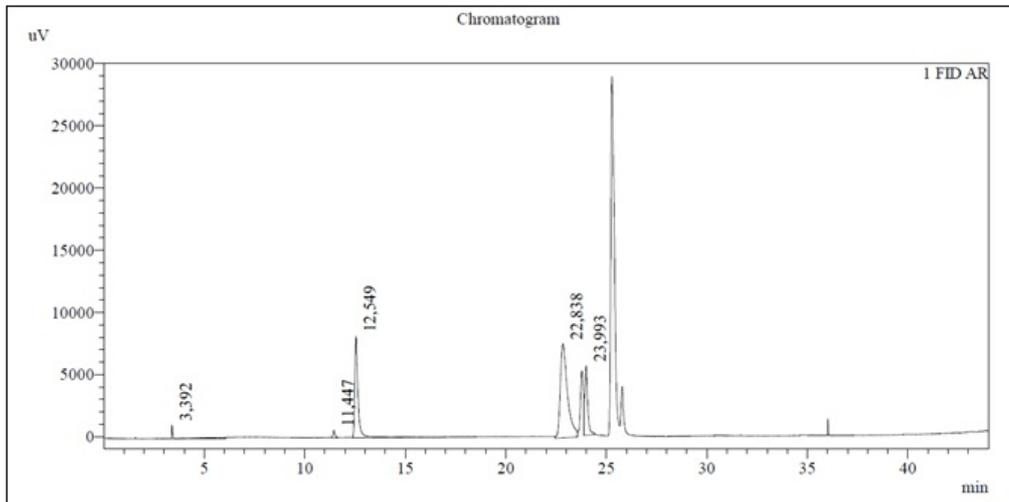
Pic de 1-3 butadiène ($Tr = 24,1$). Echantillon réalisé à partir de la **solution commerciale dans le toluène** diluée dans le CS_2 ($Tr = 28,8$).

Solution commerciale dans le méthanol



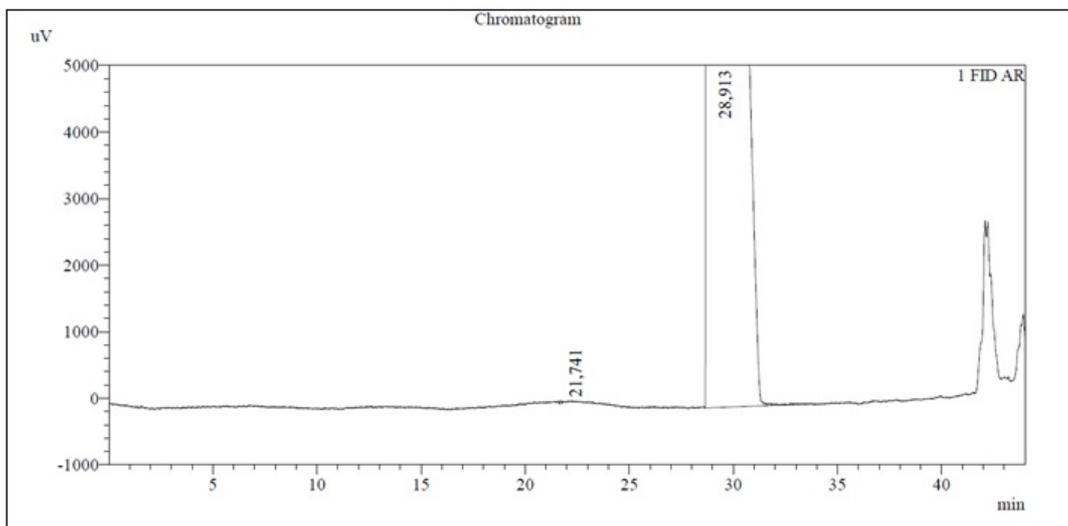
Pic de 1-3 butadiène (Tr = 24,0). Echantillon réalisé à partir de la **solution commerciale dans le méthanol** (Tr = 15,1) diluée dans le toluène.

Coupe butagaz



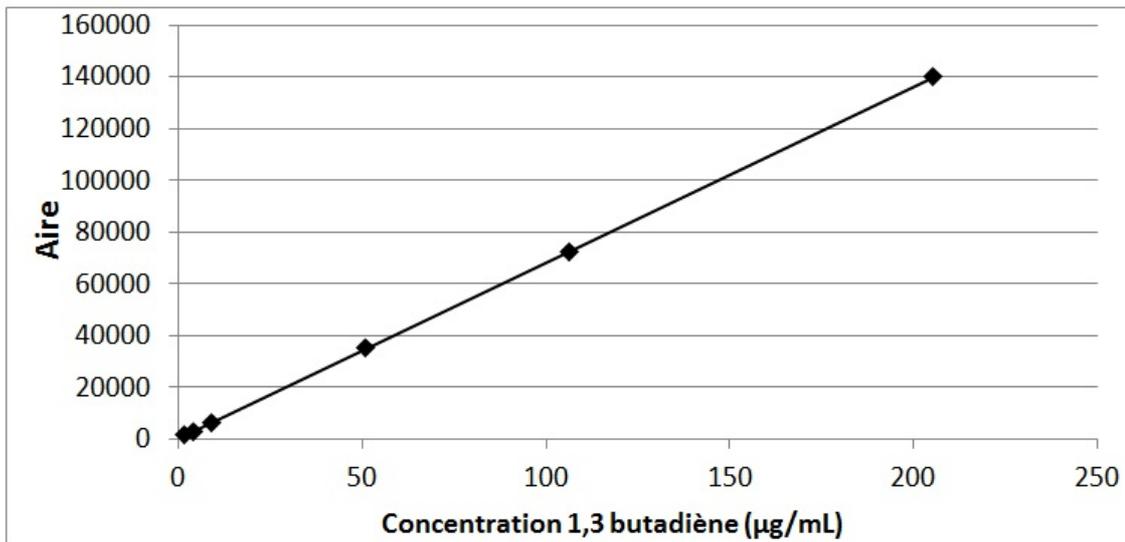
Coupe butagaz avec séparation du 1-3 butadiène à 22,99 min.

Pic de CS₂



Pic de CS₂ à 28,91 min

Courbe d'étalonnage à partir d'une solution commerciale



*Courbe d'étalonnage du butadiène à partir de la solution SIGMA de 1-3 butadiène dans l'Hexane ; 14 % de butadiène en masse dans la solution.
Gamme de 1,3 µg/mL à 150 µg/mL.*