

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ Phosphate de tributyle

Existe-t-il une VLEP ? _____ oui

VLEP 8h _____ 2,5 mg/m³

Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation a été choisi en fonction des valeurs en vigueur à la date des essais. Afin de connaître les valeurs actuelles, se reporter au document

Outil65¹

¹<https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=outil65>

Cette méthode a été validée pour des concentrations comprises entre 0,25 et 5 mg/m³ pour des prélèvements de 240 litres d'air, soit 4 heures à 1L/min.

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 1 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT

Température d'utilisation _____ 280 °C

Division :

1/20

Volume injecté _____ 1 µL

Programme de température _____ non

1 colonne :

Colonne _____ ■ APOLAIRE

Nature phase _____ ■ 5%Diphenyl 95% Dimethyl polysiloxane faible bleeding

Longueur _____ 30 m

Diamètre _____ 0,25 mm

Epaisseur de film _____ 0,25 µm

Température d'utilisation _____ 200 °C

Programme de température _____ non

Commentaires _____ durée analyse 4 minutes

1 détecteur :

SPECTROMETRIE DE MASSE PAR IMPACT ELECTRONIQUE

Température _____ 250 °C

Ion de dosage _____ 99

Ion de référence 1 _____ 155

Ion de référence 2 _____ 41

Commentaires _____ Température de la ligne de transfert: 250 °C

Validation Méthode Analytique

Description de la méthode :

La méthode a été validée à une date antérieure à 2011, elle a donc été validée selon l'ancien guide de mise au point de méthode,

Répétabilité _____ 0%

Limite de détection (LD) _____ 0,5 µg

Réponse analytique - linéarité :

la linéarité du détecteur a été vérifiée de 30 µg à 1800µg de substance analysée, ce qui correspond à une gamme de 0,125mg/m³ à 7,5 mg/m³ de phosphate de tributyle dans un prélèvement de 240 Litres d'air.

Taux de récupération

Une quantité connue de polluant (en solution dans le solvant) est déposée directement sur la première membrane de la cassette. Un volume connu d'air propre est alors pompé au travers de l'échantionneur.

Chaque ensemble constitué par une membrane et un filtre est ensuite désorbé dans 10 mL de toluène.

	essai 1	essai 2	essai 3
Quantité déposée (µg)	60	600	1200
Conc air correspondante (mg/m ³)	0,25	2,5	5
KT1(%)	102,7	99,6	101,7
KT2(%)	103,2	96,1	103,3
KT3(%)	101,1	95,9	99,7
KT Moyen(%)	102,33	97,2	101,56
Ecart type	1,1	2,1	1,8

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Après 15 jours de conservation, le rendement de récupération est de 85 % en moyenne. Il faudra donc veiller à réfrigérer les prélèvements et les analyser le plus rapidement possible afin de limiter les pertes.

q1

Niveau de charge 1 (q1) _____ 60 µg
 Conc air _____ 0,25 mg/m³
 pour _____ 240 L prélevés

q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 1200 µg
 Conc air _____ 5 mg/m³
 pour _____ 240 L prélevés

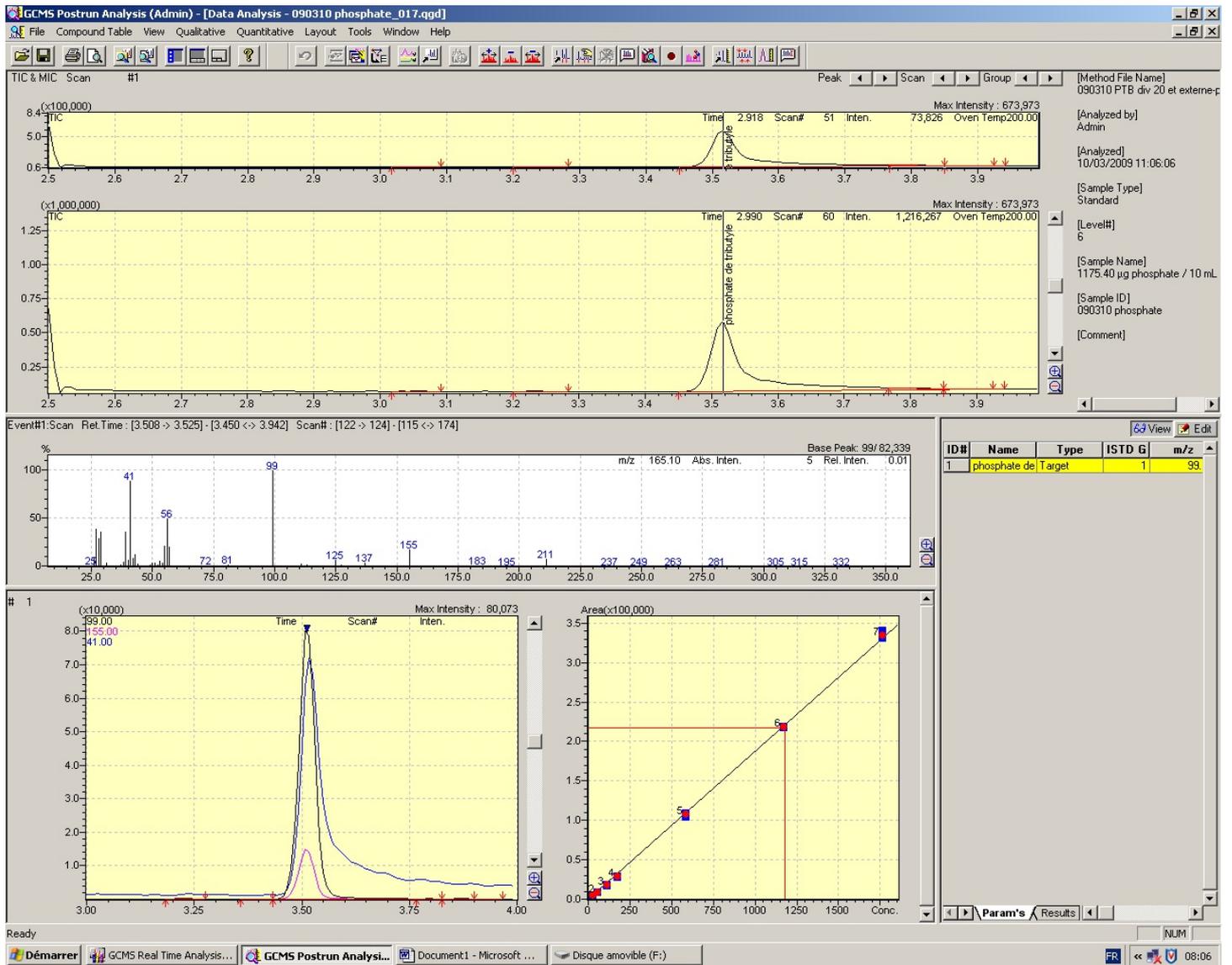
Temps de conservation

Temps 2 _____ 3 jour(s) à 20 °C puis 11 jour(s) à 4 °C

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	82,1	87,7
Kc2(%)	82,3	89,7
Kc3(%)	80,1	86,9
Kc Moyen(%)	81,5	88,1
Ecart type	1,2	1,4

Informations complémentaires

Exemple de spectre de masse et de chromatogramme du phosphate de tributyle.



Solutions écartées

Choix du support

D'autres supports de prélèvements ont été testés (ex : filtre en quartz + mousse en polyuréthane). Seule la combinaison d'une membrane en ester de cellulose et d'un filtre en cellulose permet le prélèvement du phosphate de tributyle avec des rendements satisfaisants.