

## Données de validation

### Données de validation principales

#### Généralités

Substance \_\_\_\_\_ Phosphate de tributyle

Existe-t-il une VLEP ? \_\_\_\_\_ oui

VLEP 8h \_\_\_\_\_ 2,5 mg/m<sup>3</sup>

#### 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

**Outil65**<sup>1</sup>

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

Cette méthode a été validée pour des concentrations comprises entre 0,25 et 5 mg/m<sup>3</sup> 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/m<sup>3</sup> à 7,5 mg/m<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup> )	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/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 240 L prélevés

### q2

Niveau de charge 2 (q2) \_\_\_\_\_ 1200 µg  
 Conc air \_\_\_\_\_ 5 mg/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 240 L prélevés

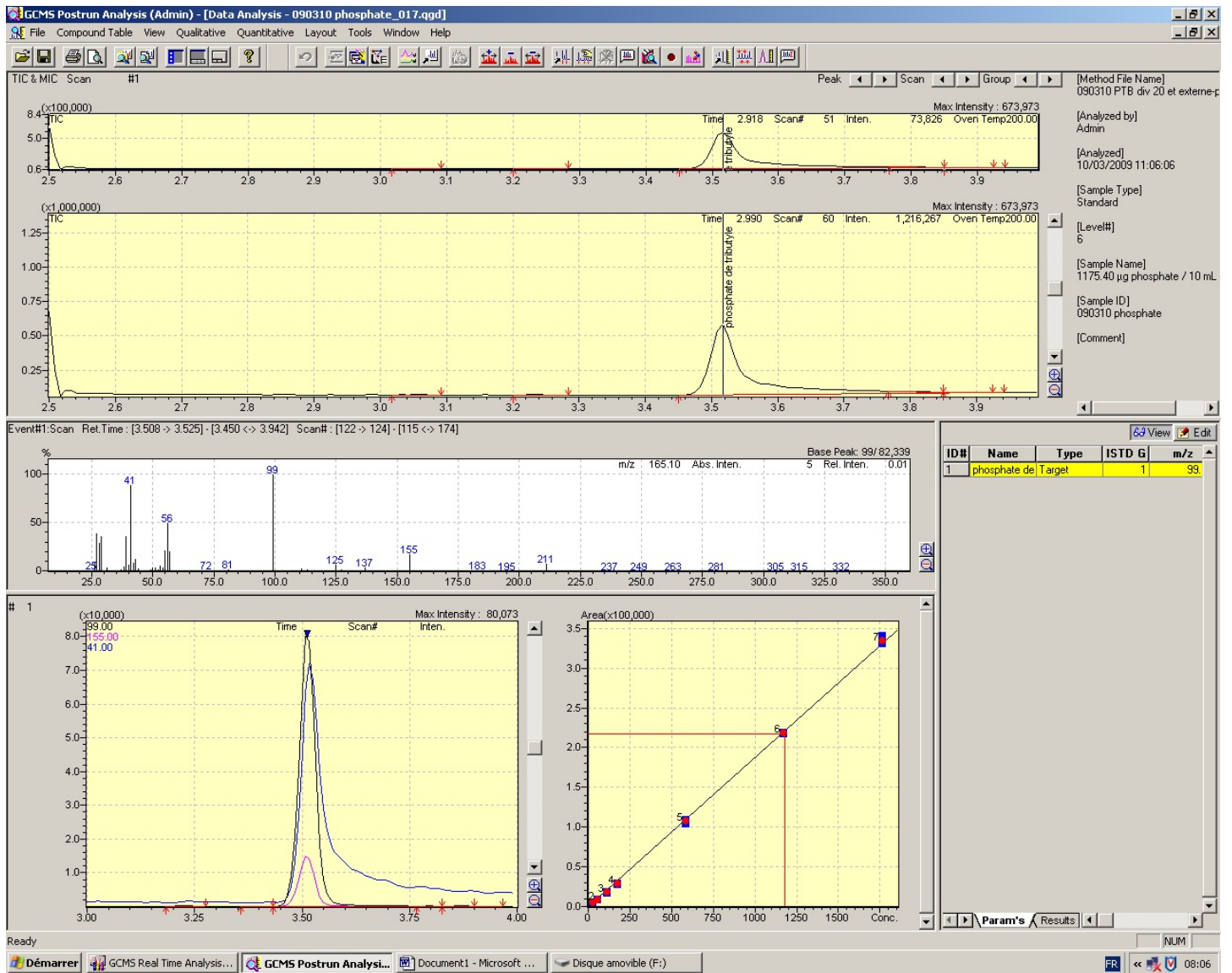
## Temps de conservation

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.