

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ 1.3-Dioxane

Choix du domaine de validation :

En l'absence de VLEP proposée pour la substance à la date des essais, ceux-ci ont été menés entre 10 et 200 fois la limite de dosage déterminée au cours de la mise au point soit entre 0,21 mg et 8,4 mg de 1-3 Dioxane.

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 1 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT

Température d'utilisation _____ 280 °C

Division :

1/10

Volume injecté _____ 1 µL

Programme de température _____ non

1 colonne :

Colonne _____ POLAIRE

Nature phase _____ Polyéthylène Glycol

Longueur _____ 60 m

Diamètre _____ 0,32 mm

Epaisseur de film _____ 0,25 µm

Température d'utilisation _____ 80 °C

Programme de température _____ oui

Commentaires _____

Tinitiale (°C)	Tfinale (°C)	Rampe (°C/min)	Palier (min)
80	130	10	0
130	200	30	0

1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

Température _____ 280 °C

Validation Méthode Analytique

Limite de quantification (LQa) :

16 µg sur le dispositif de prélèvement (ce qui correspond, pour un prélèvement de 240 L d'air, à une concentration de 70 µg/m³).

Note : La limite de dosage calculée (10 fois le bruit de fond de l'appareil) est vérifiée par 10 injections répétables d'une solution de concentration équivalente à cette valeur.

Limite de quantification (LQa) _____ 16 µg

Réponse analytique - linéarité :

Linéarité du détecteur vérifiée jusqu'à 9 mg de 1,3-dioxane sur le dispositif de prélèvement.

Volume d'air prélevé correspondant (L)	240	240	240	480
Quantité déposée (mg)	0,21	2,1	4,2	8,4
Conc air correspondante (mg/m ³)	0,9	9	18	18
KT1(%)	96,7	98,6	97,7	101,9
KT2(%)	98,1	99	96,6	102,4
KT3(%)	96,7	100,5	97,6	102,5
KT Moyen(%)	97,9			102,3
Ecart type	1,7			0,3

Conservation après prélèvement

q1

Niveau de charge 1 (q1) _____ 0,21 mg
 Conc air _____ 0,9 mg/m³
 pour _____ 240 L prélevés

q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 4,2 mg
 Conc air _____ 18 mg/m³
 pour _____ 240 L prélevés

Temps de conservation

Temps 1 _____ 7 jour(s) à 22 °C
 Temps 2 _____ 7 jour(s) à 22 °C puis 14 jour(s) à 4 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	99,5	100,2
Kc2(%)	96,7	99,8
Kc3(%)	98,6	97,4
Kc Moyen(%)	98,7	
Ecart type	1,4	

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	97,6	94,5
Kc2(%)	96,2	95,3
Kc3(%)	97,6	94,8
Kc Moyen(%)	97,1	94,9
Ecart type	1,37	

Informations complémentaires

Exemple de chromatogramme FID

Détecteur à ionisation de flamme :

- Colonne : Supelcowax 10 – longueur 60 m – diamètre intérieur 0,32 mm – épaisseur du film 0,25 µm
- Température du four : de 80°C à 130 °C à 10 °C/min, puis jusqu'à 200 °C à 30 °C/min
- Injecteur : Split au 1/10 - 280°C
- Détecteur FID - 280°C
- Volume injecté : 1,0 µL
- Etalonnage externe

