

## Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_83	n-Butanol M-83

### Données de validation principales

#### Généralités

**Substance** \_\_\_\_\_ Butanol  
**Existe-t-il une VLEP CT ?** \_\_\_\_\_ oui  
**VLEP CT** \_\_\_\_\_ 150 mg/m<sup>3</sup>

#### Choix du domaine de validation :

Cette méthode a été validée pour des quantités dosées équivalentes à 6 L d'air prélevés aux concentrations atmosphériques VLEP-CT/10, VLEP-CT et 2 VLEP-CT . Afin de connaître les valeurs actuelles, se reporter au document **ED 984** <sup>1</sup>

<sup>1</sup> <http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20984>

**Débit prélèvement** \_\_\_\_\_ 0,2 L/min

#### Conditions analytiques

##### 1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

**Température d'utilisation** \_\_\_\_\_ 200 °C

##### Division :

1/10

**Volume injecté** \_\_\_\_\_ 1 µL

**Programme de température** \_\_\_\_\_ non

##### 1 colonne :

**Colonne** \_\_\_\_\_ POLAIRE

**Nature phase** \_\_\_\_\_ Poly Ethylène Glycol

**Longueur** \_\_\_\_\_ 60 m

**Diamètre** \_\_\_\_\_ 0,32 mm

**Epaisseur de film** \_\_\_\_\_ 0,25 µm

**Température d'utilisation** \_\_\_\_\_ 120 °C

**Programme de température** \_\_\_\_\_ non

##### 1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

**Température** \_\_\_\_\_ 240 °C

#### Validation Méthode Analytique

**Limite détection (LD) :**

Limite de détection : 0,71 ng injecté.

**Limite de détection (LD)** \_\_\_\_\_ 3,56 µg sur le dispositif

#### Réponse analytique - linéarité :

La linéarité du détecteur a été vérifiée sur toute la plage des concentrations indiquées ci-dessous.

#### Taux de récupération

Les moyennes sont calculées à partir de toutes les valeurs des essais.

Conc air correspondante (mg/m <sup>3</sup> )	15	150	300
Quantité collectée (µg)	90	900	1800
Volume d'air prélevé correspondant (L)	6	6	6
KT1(%)	94,6	96,6	96,9
KT2(%)	95,4	95,5	96,5
KT3(%)	96,2	97,2	98,3
KT Moyen(%)	96,4		
Ecart type	1,1		

#### Conservation après prélèvement

##### Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Essais de conservation

Ces essais ont été conduits sur 8 jours. Les tubes sont conservés à température ambiante.

Quantité de substance dosée (concentration correspondante pour un prélèvement de 6 L)	K <sub>C1</sub> (%)	K <sub>C2</sub> (%)	K <sub>C3</sub> (%)
90 µg (15 mg/m <sup>3</sup> )	94,0	94,6	93,8
900 µg (150 mg/m <sup>3</sup> )	98,7	99,9	100,1
1800 µg (300 mg/m <sup>3</sup> )	97,6	98,8	97,5

Valeur moyenne de K<sub>C</sub> : 97,2 % ; écart-type : 2,5

#### Informations complémentaires

Exemples de chromatogrammes.

#### Mélange des 9 alcools suivants :

Des conditions analytiques permettent de séparer les 9 alcools suivants :

- Alcool isopropylique
- Alcool propylique
- Alcool isobutylique
- Alcool n-butylique
- Alcool ter-butylique

- Alcool isoamylique
- Alcool amylique
- Alcool n-hexylique
- Alcool 2-éthylhexylique

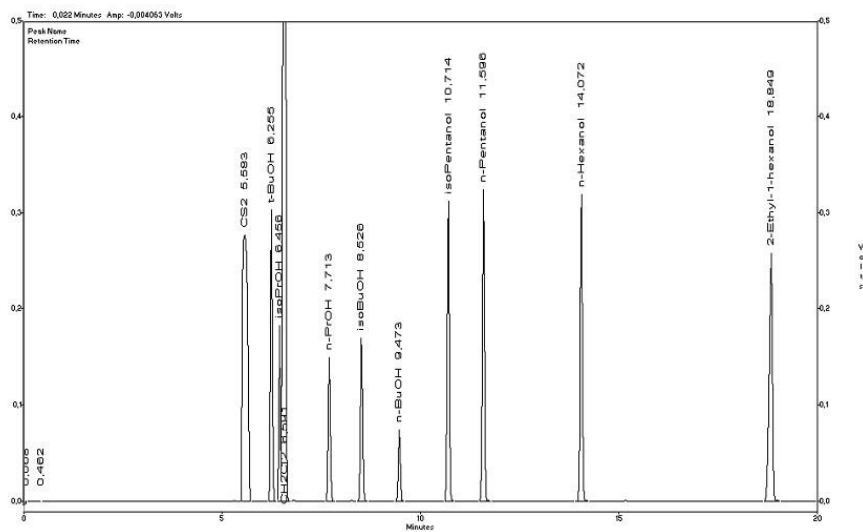
Désorption dans  $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{CS}_2$  (10/90).

#### Conditions chromatographiques

Colonne Supelcowax 10™, 60 m, Ø intérieur 0,32 mm, épaisseur de film 0,25 µm.

Température du four : 70°C (5 min) puis 30°C/min → 120°C (15 min).

Détecteur à ionisation de flamme.



### Mélange des 9 alcools en présence d'hydrocarbures aromatiques et chlorés

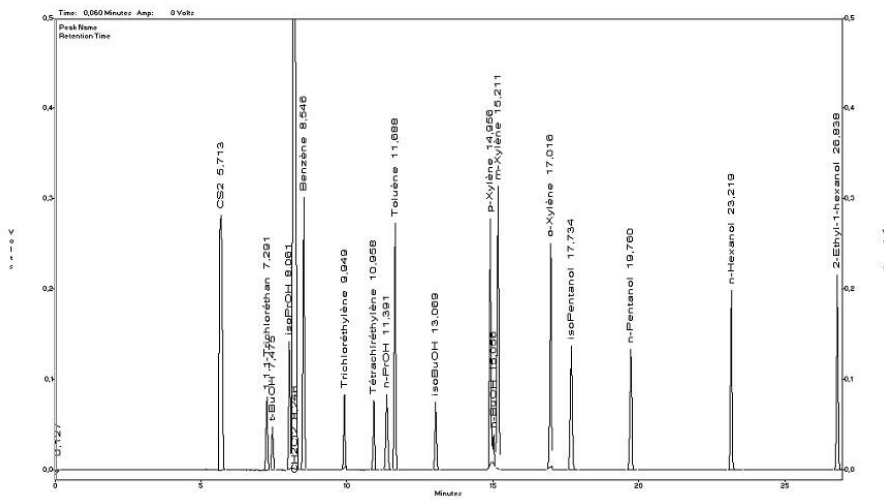
Désorption dans CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/CS<sub>2</sub> (10/90).

#### Conditions chromatographiques

Colonne Supelcowax 10<sup>TM</sup>, 60 m, Ø intérieur 0,32 mm, épaisseur de film 0,25 µm.

Température du four : 50°C (8 min) puis 30°C/min → 60°C (3 min) puis 30°C/min → 90°C (8 min) puis 30°C/min → 170°C (4 min).

Détecteur à ionisation de flamme.



### Mélange de 8 alcools sans l'isopropanol en présence d'hydrocarbures aromatiques et chlorés.

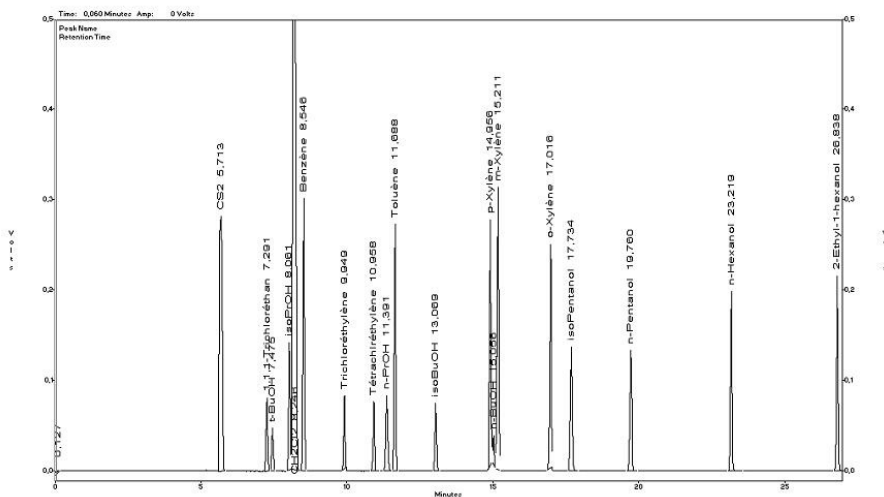
Désorption dans CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/CS<sub>2</sub> (10/90).

#### Conditions chromatographiques

Colonne Supelcowax 10<sup>TM</sup>, 60 m, Ø intérieur 0,32 mm, épaisseur de film 0,25 µm.

Température du four : 50°C (8 min) puis 30°C/min → 60°C (3 min) puis 30°C/min → 90°C (8 min) puis 30°C/min → 170°C (4 min).

Détecteur à ionisation de flamme.



## Solutions écartées

Choix de la solution de désorption.

	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> /CS <sub>2</sub>			CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> /CS <sub>2</sub>		
	50 %/50 %		K <sub>T</sub>	10 %/90 %		K <sub>T</sub>
	Aire ref.	Aire échan.		Aire ref.	Aire échan.	
<b>t-BuOH</b>	192584	190533		171187	164652	
	191495	188546	98,4 %	169554	161341	95,0 %
	194662	190354		172188	161068	
moyenne	192914	189811		170976	162354	
<b>iso-PrOH</b>	<i>Nota : 10 % de CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> dans le mélange est la quantité maximum pour que l'isopropanol puisse être séparé de CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> lors du dosage chromatographique.</i>			497780	473727	
				501644	466402	93,7 %
				498759	462932	
moyenne			499394	467687		
<b>n-PrOH</b>	282247	273329		222196	216315	
	280314	270117	96,3 %	219510	217360	98,4 %
	285347	273075		219308	216477	
moyenne	282636	272174		220338	216717	
<b>iso-BuOH</b>	198901	194849		176491	176621	
	201160	192585	97,4 %	174777	172713	98,7 %
	197601	194801		177272	172437	
moyenne	199221	194078		176180	173924	
<b>n-BuOH</b>	96156	93564		85832	85759	
	95631	92324	97,0 %	84985	83570	98,5 %
	97309	94581		86118	83788	
moyenne	96365	93490		85645	84372	
<b>iso-Pentanol</b>	258580	251122		231709	235777	
	256308	247896	96,8 %	229379	231009	100,5 %
	261054	251728		232709	230322	
moyenne	258647	250249		231266	232369	
<b>n-Pentanol</b>	259318	249677		232033	235784	
	257402	246663	95,8 %	230055	229252	99,9 %
	262284	249737		233018	229497	
moyenne	259668	248692		231702	231509	
<b>n-Hexanol</b>	267065	251880		242058	243942	
	266388	248663	93,4 %	240803	237440	99,1 %
	271229	251616		243144	238114	
moyenne	268227	250720		242002	239832	
<b>2-Éthylhexanol</b>	198109	185946		252086	232366	
	195820	182373	93,2 %	251202	226974	90,8 %
	200933	186309		252119	226786	
moyenne	198287	184876		251802	228709	