

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Données de validation obtenues lors d'essais menés **conjointement** pour les deux isomères (n valéraldéhyde et iso valéraldéhyde). La technique utilisée est antérieure au protocole de mise au point de 2011, les données sont donc incomplètes. La VLEP 8h indiquée correspond à la VME à la date de réalisation de cette validation : (2004).

Substance _____ Aldehyde valérique

Existe-t-il une VLEP ? _____ oui

VLEP 8h _____ 175 mg/m³

Choix du domaine de validation :

La VLEP est donnée pour le n-Valéraldéhyde. Le domaine de validation est choisi entre le dixième de la "VME" et 2* la "VME"

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 0,5 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

VANNE BOUCLE 20 µL

1 colonne :

Colonne _____ ■ PHASE INVERSE C18

Nature phase _____ ■ ULTRABASE

Granulométrie _____ 5µm

Longueur _____ 250mm

Diamètre _____ 4,6mm

1 détecteur :

ULTRA VIOLET(UV)

Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 355

Phase mobile	Pourcentage	Présence d'un tampon	Commentaires / Débit
ACETONITRILE	70	non	1mL/min
EAU	30	non	

Validation Méthode Analytique

Réponse analytique - linéarité :

Taux de récupération

Une quantité de dérivé de valéraldéhyde est déposée sur le dispositif. Après un passage d'air à travers le dispositif, la cartouche est analysée. Les quantités indiquées dans le tableau correspondent à l'aldéhyde et non à l'hydrazone.

K1, K2 et K3 correspondent au n-valéraldéhyde, K4, K5 et K6 à l'isovaléraldéhyde

rendement moyen pour n-valéraldéhyde : 91.4 %

rendement moyen pour iso-valéraldéhyde : 96.5 %

	10,5	5,25	0,525
Conc air correspondante (mg/m ³)	350	175	17,5
Volume d'air prélevé correspondant (L)	30	30	30
KT1(%)	90,8	91,5	94,8
KT2(%)	91,7	89,3	91,2
KT3(%)	93,2	92,2	87,9
KT Moyen(%)	91,4		
Ecart type	2,02		
KT4(%)	93,9	96	100,8
KT5(%)	97,5	98,9	97,5
KT6(%)	96,5	94,1	93,1
KT Moyen(%)	96,5		
Ecart type	2,5		

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Les tubes sont dopés avec les trois mêmes charges que pour le taux de récupération puis conservés 8 jours à 4°C avant d'être analysés

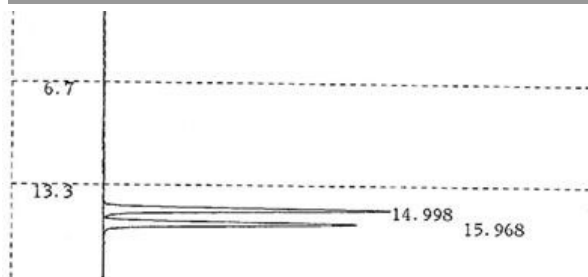
Le coefficient de conservation moyen pour n valéraldéhyde est de 95,3 % et l'écart type de 2.75

le coefficient de conservation moyen pour iso valéraldéhyde est de 91.5 % l'écart type de 1.7

quantité en mg	K _{C1 n}	K _{C2 n}	K _{C3 n}	KC _{1 iso}	KC _{2 iso}	KC _{3 iso}
10.5	93.3	92.6	91.7	91.5	95.6	92.5
5.25	94.1	100.9	96.7	89.6	89.5	90.9
0.525	94.8	91.2	87.9	91.1	91.5	91.5

Informations complémentaires

exemples de chromato avec iso et n, valeraldehyde



fabrication des dérivés

DISSOLUTION DE LA DINITRO-2,4-PHÉNYLHYDRAZINE (DNPH)

- Dans un erlenmeyer de 500 mL, peser 1 g de DNPH 70 % (35.10^{-4} mole). Ajouter 250 mL d'acide chlorhydrique 2 N et chauffer à 80°C jusqu'à dissolution totale de la DNPH.
- Filtrer, si nécessaire, pour obtenir une solution parfaitement limpide @ solution A.

Préparation du dérivé valéraldéhyde (n et iso)

- Introduire dans la solution A maintenue sous agitation : 500 µL de valéraldéhyde (n ou iso).
Le dérivé se forme lentement, pour accélérer la précipitation, la solution est placée une nuit au froid.
- Filtrer sur fritté n° 4.
- Laver au méthanol.
- Sécher à 60°C.

Recristallisation

- Reprendre le dérivé sec dans une fiole adaptée.
- Ajouter goutte à goutte du nitrobenzène jusqu'à dissolution complète (il faut entre 1 et 1,5 mL de nitrobenzène).
- Laisser refroidir lentement. Parachever la cristallisation au réfrigérateur.
- Filtrer sur fritté n° 4.
- Laver au méthanol.
- Sécher à 60°C.
- Point de fusion : 166-167°C pour l'isovaléraldéhyde et 106-107°C pour le n-valéraldéhyde.