

## Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_166	Butyldiglycol M-166

### Données de validation principales

#### Généralités

Substance \_\_\_\_\_ Butyldiglycol  
 Existe-t-il une VLEP ? \_\_\_\_\_ oui  
 VLEP 8h \_\_\_\_\_ 67,5 mg/m<sup>3</sup>  
 Existe-t-il une VLEP-CT ? \_\_\_\_\_ oui  
 VLEP-CT \_\_\_\_\_ 101,2 mg/m<sup>3</sup>

#### Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation a été choisi en fonction des valeurs limites 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.htm?refINRS=outil65>

Débit prélèvement \_\_\_\_\_ 1 L/min

#### Conditions analytiques

##### 1 injecteur :

SPLIT

Température d'utilisation \_\_\_\_\_ 320 °C

##### Division :

1/20 ou au 1/100 selon concentration à doser

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 \_\_\_\_\_ 0,32 mm

Epaisseur de film \_\_\_\_\_ 0,25 µm

Température d'utilisation \_\_\_\_\_ 100 °C

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

##### 1 détecteur :

IONISATION DE FLAMME (FID)

Température \_\_\_\_\_ 320 °C

## Validation Méthode Analytique

Répétabilité \_\_\_\_\_ < 10%

Limite de détection (LD) \_\_\_\_\_ 0,3 ng

Limite de quantification (LQa) \_\_\_\_\_ 18 µg sur le dispositif

### Réponse analytique - linéarité :

La linéarité du détecteur a été vérifiée jusqu'à 80 mg de butyldiglycol sur le dispositif de prélèvement, soit 8 mg/mL pour la solution injectée et 167 mg/m<sup>3</sup> pour un prélèvement de 480 litres d'air.

## Taux de récupération

Détermination du coefficient d'adsorption-désorption pour le dispositif de prélèvement complet

	essai 1	essai 2	essai 3	essai 4
Volume d'air prélevé correspondant (L)	240	240	240	480
	1,4	16,5	33	67
Conc air correspondante (mg/m <sup>3</sup> )	6	69	138	140
KT1(%)	97,6	97,7	101,7	95,5
KT2(%)	96,1	97,7	100,9	96,9
KT3(%)	98,1	101,2	100,5	96,9
KT4(%)	96,5	100,2	97,9	
KT5(%)	97,8	99,9	98,3	
KT6(%)	99,1	99,1	96,7	
KT Moyen(%)	97,5	99,3	99,3	96,4
Ecart type	1,1	1,4	2	0,81

## Conservation après prélèvement

### Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Compte-tenu de la mauvaise conservation du butyldiglycol sur le filtre, celui-ci doit être désorbé immédiatement après le prélèvement. Ci-dessous sont indiquées les données de :

### Conservation de la solution de désorption du filtre

q1

Niveau de charge 1 (q1) \_\_\_\_\_ 1,2 mg  
 Conc air \_\_\_\_\_ 5 mg/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 240 L prélevés

q2

Niveau de charge 2 (q2) \_\_\_\_\_ 25 mg  
 Conc air \_\_\_\_\_ 104 mg/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 240 L prélevés

### Temps de conservation

Temps 1 \_\_\_\_\_ 7 jours à 4 °C  
 Temps 2 \_\_\_\_\_ 7 jours à 4 °C puis 14 jours à 4 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	101,8	103,6
Kc2(%)	101,9	101,9
Kc3(%)	101,1	102,3

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	98,9	100,4
Kc2(%)	98,7	100,5
Kc3(%)	97,8	100,4
Kc Moyen(%)	98,7	101,2
Ecart type	2,47	1,2

### Données de validation - données 2

### Conservation du charbon actif

## Conservation après prélèvement

### Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Conservation du charbon actif

#### Q1

Niveau de charge 1 (q1) \_\_\_\_\_ 1,6 mg  
 Conc air \_\_\_\_\_ 6,7 mg/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 240 L prélevés

#### Q2

Niveau de charge 2 (q2) \_\_\_\_\_ 65 mg  
 Conc air \_\_\_\_\_ 135 mg/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 480 L prélevés

## Temps de conservation

1. Temps 1 7 jours à 22 °C
2. Temps 2 7 jours à 22 °C puis 21 jours à 4 °C

	q1	q2
Kc1(%)	101,2	99,4
Kc2(%)	97,4	99,2
Kc3(%)	97,4	98,5
Kc Moyen(%)	98,6	99
Ecart type	2,28	0,44

	q1	q2
Kc1(%)	95	93,3
Kc2(%)	96,9	94,8
Kc3(%)	94,8	94,3
Kc Moyen(%)	95,6	94,1
Ecart type	1,16	0,76

## Informations complémentaires

### Etalonnage et Exemple de chromatogramme, Autre possibilité d'analyse

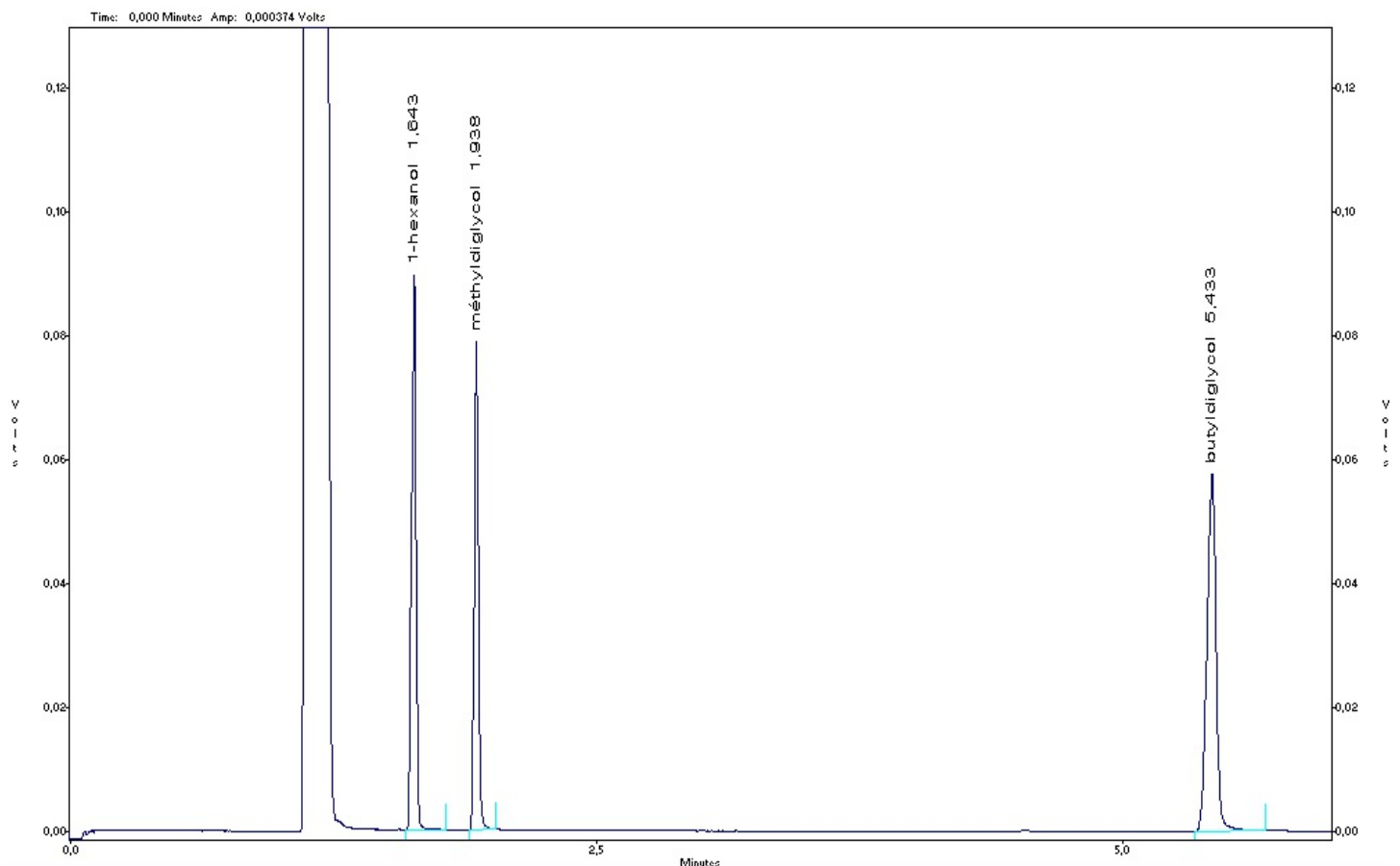
## Etalonnage

Étalon	Solution S1	Butyldiglycol	Dichlorométhane /Méthanol	Concentration de l'étalon (mg/mL)
E1	10 µL	-	10 mL	0,05
E2	25 µL	-	10 mL	0,125
E3	50 µL	-	10 mL	0,25
E4	-	10 µL	10 mL	1
E5	-	30 µL	10 mL	3
E6	-	70 µL	10 mL	7

Préparer une solution S1 : environ 100 mg (pesés exactement) de butyldiglycol dans 2,5 g (environ 2 mL exactement mesurés) de mélange dichlorométhane/méthanol (95/5).  
Préparer les étalons selon le tableau ci-dessus.

## Chromatogramme

Il est possible de réaliser un étalonnage interne. Pour cela rajouter 10 µl de l'étalon interne (n-hexanol) à chaque étalon préparé.



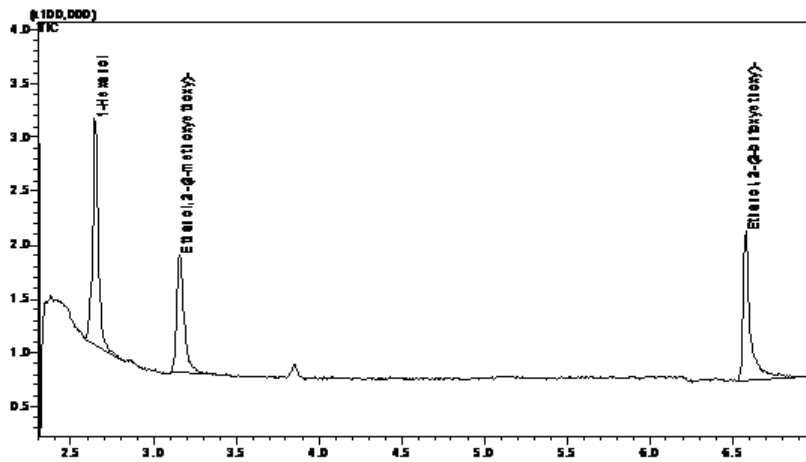
Exemple de chromatogramme en GC-FID.

## Analyse en GC-MS

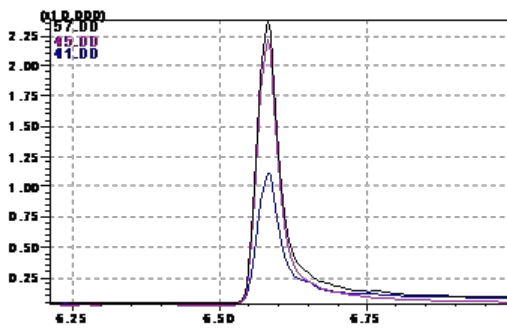
Injecteur split 1/50 - 320°C

Détecteur de masse par impact électronique - température de la source 200°C, température de l'interface : 200°C

substance	ion de dosage	ions de référence
butyldiglycol	m/z = 57	m/z= 45 et m/z= 41
1-hexanol	m/z = 56	m/z = 43 et m/z = 55



Analyse DEGBE en TIC



Analyse quantitative en SIM ; ion de dosage m/z= 57

## Solutions écartées

### Conservation cassettes,

Essai de conservation de la cassette (avec le filtre QM-A) gardée 7 jours à 4°C

	Quantité de butyldiglycol en mg dans la cassette		Quantité de butyldiglycol en mg dans la cassette
	1,6 mg		67 mg
	6,7 mg/m <sup>3</sup>		140 mg/m <sup>3</sup>
Kc1 (%)	79,2	Kc1 (%)	102
Kc2 (%)	68,8	Kc2 (%)	103,5
Kc3 (%)	64,3	Kc3 (%)	96,7
Kc moyen	70,8 %	Kc moyen	100,7 %
Ecart type	7,6	Ecart type	3,6

Les filtres doivent être désorbés immédiatement après prélèvement