

## Données de validation

### Données de validation principales

#### Généralités

La validation complète a été réalisée en FID. L'utilisation d'un autre détecteur ne modifie pas la validation. Seul le domaine d'application de la méthode peut être différent (problème possible de saturation du détecteur de masse).

**Substance** \_\_\_\_\_ 1,3-Dioxane

#### Choix du domaine de validation :

Les quantités dosées sur le dispositif de prélèvement sont comprises entre 0,21 et 5 mg de 1-3 Dioxane.

#### Dispositif de prélèvement :

**Débit prélèvement** \_\_\_\_\_ 1 L/min

#### Conditions analytiques

##### 1 injecteur :

SPLIT

**Température d'utilisation** \_\_\_\_\_ 280 °C

##### Division :

1/50

**Volume injecté** \_\_\_\_\_ 1 µL

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

##### Commentaires :

purge septum 3mL/min

##### 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** \_\_\_\_\_ 60 °C

**Programme de température** \_\_\_\_\_ oui

**Commentaires** \_\_\_\_\_ 60°C 4 minutes puis montée à 100°C (30°C/min)

##### 1 détecteur :

SPECTROMETRIE DE MASSE

**Température** \_\_\_\_\_ 250 °C

**Ion de dosage** \_\_\_\_\_ 87

**Ion de référence 1** \_\_\_\_\_ 31

**Ion de référence 2** \_\_\_\_\_ 57

## Validation Méthode Analytique

### Limite de quantification (LQa) :

20 µg de substance sur le dispositif de prélèvement (ce qui correspond, pour 240 L d'air prélevés, à une concentration de 80 µg/m<sup>3</sup>).

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

Limite de quantification (LQa) \_\_\_\_\_ 20 µg

### Réponse analytique - linéarité :

La linéarité a été vérifiée jusqu'à 0,5 mg/mL soit 5 mg sur le dispositif de prélèvement ou 21 mg/m<sup>3</sup> pour un prélèvement de 240 L

## Informations complémentaires

Exemples de chromatogrammes.

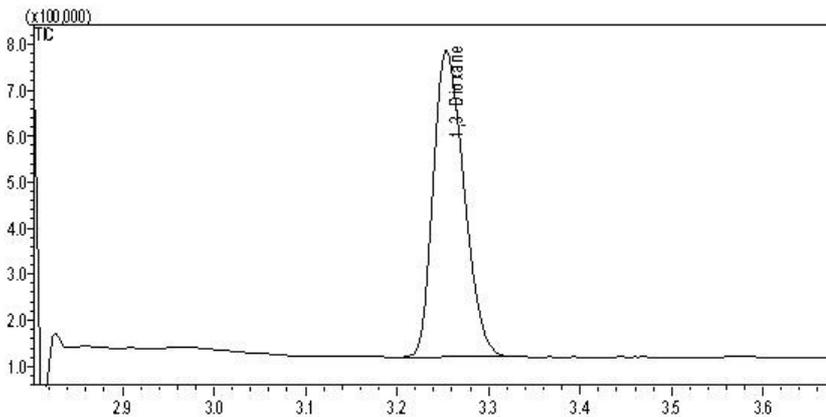
### Conditions chromatographiques

Détecteur par spectrométrie de masse

- Colonne SLB 5-ms, 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm, isotherme 4 min à 60 °C, puis programmation de température jusqu'à 100 °C à 30 °C/min
- Injecteur split 1/50 - 280 °C - purge septum 3 mL/min
- Détecteur de masse :
- Analyse par impact électronique
- Température de la source d'ions : 250 °C
- Température de l'interface : 250 °C
- Mode SIM
- Volume injecté : 1 µL
- Etalonnage externe
- Analyse quantitative en mode SIM :

substance	Ion de dosage	Ions de référence		
1,3-dioxane	m/z = 87	m/z = 31	et	m/z = 57

Chromatogramme avec acquisition en TIC



Analyse quantitative sur l'ion : m/z = 87

Ions de référence : m/z = 31 et m/z = 57

