

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ Anhydride phtalique

Existe-t-il une VLEP-CT? _____ oui

VLEP-CT _____ 6 mg/m³

Choix du domaine de validation :

0,6 à 10 mg/ m³

Le domaine de validation a été choisi en fonction des valeurs limites en vigueur à la date des essais. Afin de connaître les valeurs VLEP actuelles, se reporter au document **Outil65**¹

¹ <https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=outil65>

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 1 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

PASSEUR AUTOMATIQUE

Volume injecté _____ 10 µL

Programme de température _____ non

1 colonne :

Colonne _____ ■ PHASE NORMALE CN-NH2

Nature phase _____ ■ PARTISIL

Granulométrie _____ 10 µm

Longueur _____ 20cm

Diamètre _____ 4,6mm

Programme de température _____ non

1 détecteur :

ULTRA VIOLET(UV)

Longueur d'onde 2 (ou émission) en nm _____ 250

Phase mobile	Pourcentage	Présence d'un tampon	Nature tampon	Commentaires / Débit
ACETONITRILE	60	non		1 mL/min
EAU	40	oui	KH2PO4 10(-2) M pH=5	

Taux de récupération

Le pourcentage de récupération des anhydrides sur les filtres a été déterminé par dépôts de solutions étalons d'anhydrides à différentes concentrations. Les filtres sont ensuite balayés par des atmosphères de degré hygrométrique de 50 et 100 %.

Les résultats des rendements de récupération sont regroupés dans les tableaux ci-dessous. Aucune modification notable des rendements n'a été enregistrée avec l'accroissement du degré hygrométrique de l'air.

Quantité déposée (µg)	309,8	147,35	144,3	79	38,8	15,8
KT Moyen(%)	89	91,6	97	97	94	94
Coefficient de variation(%)	5	2,5	2,7	1,5	2	2

Informations complémentaires

Préparation des échantillons

Les filtres imprégnés sont placés dans des flacons en verre avec 5 mL de THF. Les flacons sont bouchés et agités, la désorption est achevée après 15 minutes environ. L'analyse est réalisée sur la solution de désorption après décantation ou centrifugation ou filtration (0,45 µm) afin d'éviter l'aspiration de particules de filtres.

Remarque

Traiter les blancs (de terrain, de laboratoire) de la même façon.

Préparation des étalons

Dissoudre 10^{-3} mole d'anhydride dans 20 mL d'éther éthylique.

Ajouter 5 mL d'une solution d'amine (MPP) à 1 mol/L. Le mélange est ensuite agité pendant 30 minutes puis laissé au repos pendant une heure.

Le précipité obtenu est filtré, lavé plusieurs fois avec de l'éther afin d'éliminer l'excès d'anhydride et de réactif.

L'identification des dérivés est assurée par spectrophotométrie infrarouge et spectrométrie de masse.

La gamme d'étalonnage est ensuite préparée par mise en solution des dérivés d'anhydride directement dans le THF et agitation pendant environ 15 minutes.

EXPRESSION DES RÉSULTATS

La concentration des échantillons est déterminée sur la courbe d'étalonnage.

La concentration en anhydride organique dans l'atmosphère est donnée par :

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = (C_x - C_b) \times \frac{v}{V} \times \frac{M_1}{M_2}$$

avec: C_x (mg/L) : concentration de dérivé MPP dans le désorbat ou la solution de reprise

C_b (mg/L) : moyenne des concentrations de dérivé MPP dans les blancs de laboratoire correspondants

v (mL) : volume de reprise des échantillons

V (L) : volume d'air prélevé

M_1 (g/mol) : masse moléculaire du polluant

M_2 (g/mol) : masse moléculaire de son dérivé

	M1	M2
Anhydride phtalique	148	340

■ image006.png