

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ Acide propionique
 Existe-t-il une VLEP ? _____ oui
 VLEP 8h _____ 31 mg/m³
 Existe-t-il une VLEP-CT ? _____ oui
 VLEP-CT _____ 62 mg/m³

Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation a été choisi en fonction des valeurs en vigueur à la date des essais, mais peuvent être différentes aujourd'hui. Afin de connaître les valeurs actuelles, se reporter au document **ED984**. ¹

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

Mise au point effectuée antérieurement sur tube en verre, longueur 150 mm, diamètre intérieur 8 mm, contenant une plage de 800 mg de Florisil® (30-60 mesh) maintenue par deux tampons de laine de verre.

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 1 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

PASSEUR AUTOMATIQUE

Programme de température _____ non

Commentaires :

Volume injecté de 10 à 50 µL

1 colonne :

Colonne _____ ■ A EXCLUSION D'IONS

Nature phase _____ ■ Résine échangeuse de cations

Longueur _____ 300 mm

Diamètre _____ 7,8 mm

Commentaires _____ Colonne Aminex®HPX 87H

1 détecteur :

CONDUCTIMETRIE

Phase mobile	Pourcentage	Commentaires / Débit
ACIDE SULFURIQUE	Concentration : 0,25 mM	Débit : 0,8 mL/min.

Recommandations particulières :

Possibilité d'utiliser l'acide benzoïque à la même concentration.

Des exemples de chromatogrammes en fonction de l'acide utilisé sont fournis dans les données de validation - compléments.

Remarques :

- L'éluant est à optimiser en fonction du type de colonne choisi et des substances à doser.
- Un éluant acide benzoïque ne permet pas une bonne résolution entre acide sulfurique et monochloroacétique, mais la séparation de l'acide acrylique et de l'acide propionique est réalisée avec R (résolution entre deux pics) > 1,25. Par contre, avec un éluant acide sulfurique, le phénomène inverse est observé, les acides sulfurique et monochloroacétique sont bien séparés, mais les acides acrylique et propionique sortent au même temps de rétention.

Validation Méthode Analytique

Répétabilité _____ 0%

Taux de récupération

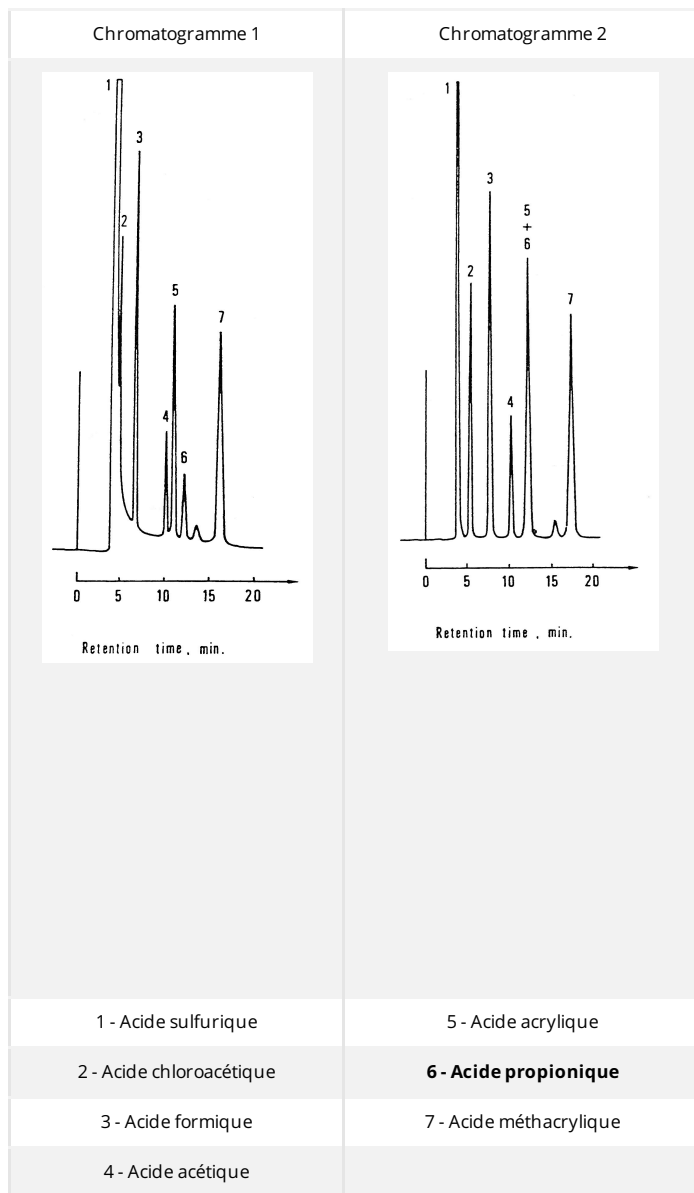
Quantité de substance correspondant à un prélèvement de 60 L à 1 L/min	Coefficient de partage K_D (%)	Coefficient d'adsorption - désorption K_T (%)
2900 μg (48,34 mg/m^3)	99,2 \pm 1	92,8 \pm 4
1485 μg (24,75 mg/m^3)	101 \pm 0,8	97,3 \pm 1,8
742 μg (12,37 mg/m^3)	101,5 \pm 1,7	95,3 \pm 6,5
148 μg (2,47 mg/m^3)	96,5 \pm 2,9	94,3 \pm 2,6

Conservation après prélèvement**Temps de conservation**

Temps 1 _____ 21 jour(s)(s) à 4 °C

Informations complémentaires**Conditions chromatographiques**

- Une colonne analytique remplie de résine échangeuse de cations type Aminex HPX 87 H, longueur 300 mm x 7,8 mm.
- Un système d'injection par boucle (10 à 50 μL).
- Une pompe réglée à un débit de 0,8 mL/min.
- Un détecteur conductimétrique.
- Un intégrateur-enregistreur.
- éluant : acide sulfurique $2,5 \times 10^{-4}$ M (voir chromatogramme n°2) ou acide benzoïque $2,5 \times 10^{-4}$ M (voir chromatogramme n°1).

**EXEMPLES DE CHROMATOGRAMMES OBTENUS EN
CHROMATOGRAPHIE D'EXCLUSION IONIQUE**


Autre exemple de condition d'analyse possible :

- Colonne analytique remplie de résine échangeuse de cations type ORH 801, longueur 300 mm x 6,5 mm (support : matrice polymérique sulfonée).
- Système d'injection par boucle (10 à 50 µL).
- Pompe réglée à un débit de 0,7 - 0,8 mL/min.
- Éluant : acide sulfurique $2,5 \times 10^{-4}$ M ou acide benzoïque à la même concentration.